



# Développement d'une méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation : application aux fluides de coupe usés de l'Industrie Mécanique

Stéphane Jedrzejak

## ► To cite this version:

Stéphane Jedrzejak. Développement d'une méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation : application aux fluides de coupe usés de l'Industrie Mécanique. Ingénierie de l'environnement. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne; INSA de Lyon, 2002. Français. NNT : 2002ISAL236 . tel-00800145

**HAL Id: tel-00800145**

**<https://theses.hal.science/tel-00800145>**

Submitted on 13 Mar 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Thèse

Développement d'une méthodologie de  
sélection intégrée de procédés  
d'évaporation : application aux fluides de  
coupe usés de l'Industrie Mécanique

Présentée devant  
L'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne  
&  
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Pour obtenir  
Le grade de docteur

Formation doctorale : Sciences et Techniques du Déchet

Par  
Stéphane JEDRZEJAK  
Soutenue devant la Commission d'examen  
le 15 Mai 2002

Jury MM.

---

Professeur (IUT-UJM)	C. COLLET-GONNET	présidente
Professeur (INRIA)	J.M. PROTH	rapporteur
Professeur (STEPPE-UQAM)	R. HAUSLER	rapporteur
Chef de département (CETIM)	G. COLIN	examineur
Professeur (ENSM-SE)	J. BOURGOIS	examineur

L'appétit vient en mangeant, la soif s'en va en buvant.

François Rabelais (1483-1553)

A la mémoire d'Ignace, Hedwig et Thaddée.

A ma mère Edwige et mon frère Mathieu.

Un coup de chapeau aux personnes qui m'ont guidé dans mes réalisations.

---

**Développement d'une méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation : application aux fluides de coupe usés de l'Industrie Mécanique.**

**Résumé**

Les fluides de coupe usés générés par l'Industrie Mécanique sont éliminés par Évapo-Incineration. Le coût d'élimination peut être réduit par évaporation de l'eau contenue dans les fluides de coupe. Nous proposons l'utilisation d'une méthodologie de sélection intégrée des procédés d'évaporation, en vue de réduire le coût de traitement, le volume d'effluent et d'orienter la phase aqueuse produite vers le rejet ou la réutilisation. Ce modèle global propose de relier les critères aux paramètres de contrôle des procédés. Les principaux critères étudiés pour les procédés Compression Mécanique de Vapeur (CMV), Pompe À Chaleur (PAC) et Tube à Passage de Courant (TPC) sont : la qualité de la phase aqueuse, l'efficacité de séparation, la performance technique et la performance économique. L'opération de concentration par évaporation sous vide donne des résultats positifs et prometteurs. La vision globale du procédé, supportée par l'approche intégrée, montre que l'aspect économique est important pour améliorer les techniques existantes. Le traitement des fluides usés en interne se présente comme une alternative favorable pour l'économie de la ressource hydrique. Le projet assimile la notion de développement durable en évaluant les techniques qui permettront à un secteur industriel de réaliser sa production tout en protégeant l'environnement et les ressources naturelles.

**Mots-Clés :** méthodologie de sélection – procédé d'évaporation – compression mécanique de vapeur – pompe à chaleur – tube à passage de courant – réutilisation de la phase aqueuse – fluides de coupe usés – micro-émulsion

---

**Development of an integrated selective method of evaporation process : application to cutting fluids used in Mechanical Industry.**

**Abstract**

The cutting fluids produced by mechanical industrial processes are eliminated by Evapo-Incineration. The cost of treatment can be greatly reduced by simply extracting the water contained in the cutting fluids. We have developed a method to select an evaporation process in a global view. The technical and economic feasibility of evaporation process reduce the cost and volume of the effluent, and produce reusable water. The global model shows criteria and parameters. The main criteria for experimentation of mechanical compressor CMV, heat pump PAC, electrical tube TPC are : quality of water phase, efficiency of separation, technical and economical performances. The operation of concentration by evaporation gives positive results. The economic analysis presents the financial viability of this process. The global view of process shows that the economy is an important factor in the improvement of technology. The wastewater treatment of cutting fluids is an issue to save water resource. The project assimilates the sustainable development to evaluated technology that realized environment and nature resources protection.

**Key Words :** cutting fluids – micro-emulsion – mechanical compression – heat pump – electrical tube – selective method – evaporation process –

## Ecoles Doctorales et Diplômes d'Etudes Approfondies

habilités pour la période 1999-2003

ECOLES DOCTORALES n° code national	RESPONSABLE PRINCIPAL	CORRESPONDANT INSA	DEA-INSA n° code national	RESPONSABLE DEA INSA
<b>CHIMIE DE LYON</b> (Chimie, Procédés, Environnement) <b>EDA206</b>	M. D. SINOUC UCBL1 04.72.44.62.63 Sec 04.72.44.62.64 Fax 04.72.44.81.60	M. P. MOSZKOWICZ 83.45 Sec 84.30 Fax 87.17	Chimie Inorganique <b>910643</b>  Sciences et Stratégies Analytiques <b>910634</b>  Sciences et Techniques du Déchet <b>910675</b>	M. J.F. QUINSON Tél 83.51 Fax 85.28   M. P. MOSZKOWICZ Tél 83.45 Fax 87.17
<b>ECONOMIE, ESPACE ET MODELISATION DES COMPORTEMENTS</b> (E <sup>2</sup> MC) <b>EDA417</b>	M.A. BONNAFOUS LYON 2 04.72.72.64.38 Sec 04.72.72.64.03 Fax 04.72.72.64.48	Mme M. ZIMMERMANN 84.71 Fax 87.96	Villes et Sociétés <b>911218</b>  Dimensions Cognitives et Modélisation <b>992678</b>	Mme M. ZIMMERMANN Tél 84.71 Fax 87.96  M. L. FRECON Tél 82.39 Fax 85.18
<b>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</b> (E.E.A.) <b>EDA160</b>	M. G. GIMENEZ INSA DE LYON 83.32 Fax 85.26		Automatique Industrielle <b>910676</b>  Dispositifs de l'Electronique Intégrée <b>910696</b>  Génie Electrique de Lyon <b>910065</b>  Images et Systèmes <b>992254</b>	M. M. BETEMPS Tél 85.59 Fax 85.35  M. D. BARBIER Tél 85.47 Fax 60.81  M. J.P. CHANTE Tél 87.26 Fax 85.30  Mme I. MAGNIN Tél 85.63 Fax 85.26
<b>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION</b> (E2M2) <b>EDA403</b>	M. J.P. FLANDROIS UCBL1 04.78.86.31.50 Sec 04.78.86.31.52 Fax 04.78.86.31.49	M. S. GRENIER 79.88 Fax 85.34	Analyse et Modélisation des Systèmes Biologiques <b>910509</b>	M. S. GRENIER Tél 79.88 Fax 85.34
<b>INFORMATIQUE ET INFORMATION POUR LA SOCIETE</b> (EDIS) <b>EDA 407</b>	M. J.M. JOLION INSA DE LYON 87.59 Fax 80.97		Documents Multimédia, Images et Systèmes d'Information Communicants <b>992774</b>  Extraction des Connaissances à partir des Données <b>992099</b>  Informatique et Systèmes Coopératifs pour l'Entreprise <b>950131</b>	M. A. FLORY Tél 84.66 Fax 85.97  M. J.F. BOULICAUT Tél 89.05 Fax 87.13  M. A. GUINET Tél 85.94 Fax 85.38
<b>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES- SANTÉ</b> (EDISS) <b>EDA205</b>	M. A.J. COZZONE UCBL1 04.72.72.26.72 Sec 04.72.72.26.75 Fax 04.72.72.26.01	M. M. LAGARDE 82.40 Fax 85.24	Biochimie <b>930032</b>	M. M. LAGARDE Tél 82.40 Fax 85.24
<b>MATERIAUX DE LYON</b> UNIVERSITE LYON 1 <b>EDA 034</b>	M. J. JOSEPH ECL 04.72.18.62.44 Sec 04.72.18.62.51 Fax 04.72.18.60.90	M. J.M. PELLETIER 83.18 Fax 84.29	Génie des Matériaux : Microstructure, Comportement Mécanique, Durabilité <b>910527</b>  Matériaux Polymères et Composites <b>910607</b>  Matière Condensée, Surfaces et Interfaces <b>910577</b>	M. J.M. PELLETIER Tél 83.18 Fax 85.28  M. H. SAUTEREAU Tél 81.78 Fax 85.27  M. G. GUILLOT Tél 81.61 Fax 85.31
<b>MATHEMATIQUES ET INFORMATIQUE FONDAMENTALE</b> (Math IF) <b>EDA 409</b>	M. NICOLAS UCBL1 04.72.44.83.11 Fax 04.72.43.00.35	M. J. POUSIN 88.36 Fax 85.29	Analyse Numérique, Equations aux dérivées partielles et Calcul Scientifique <b>910281</b>	M. G. BAYADA Tél 83.12 Fax 85.29
<b>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE</b> (MEGA) <b>EDA162</b>	M. J. BATAILLE ECL 04.72.18.61.56 Sec 04.72.18.61.60 Fax 04.78.64.71.45	M. G. DALMAZ 83.03 Fax 04.72.89.09.80	Acoustique <b>910016</b>  Génie Civil <b>992610</b>  Génie Mécanique <b>992111</b>  Thermique et Energétique <b>910018</b>	M. J.L. GUYADER Tél 80.80 Fax 87.12  M. J.J. ROUX Tél 84.60 Fax 85.22  M. G. DALMAZ Tél 83.03 Fax 04.78.89.09.80  Mme M. LALLEMAND Tél 81.54 Fax 60.10

## INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON

Directeur : A. STORCK

AUDISIO S  
 BABOUX JC  
 BALLAND B  
 BARBIER D  
 BASTIDE JP  
 BAYADA G  
 BERGER C (Mlle)  
 BETEMPS M  
 BLANCHARD JM  
 BOISSON C  
 BOIVIN M  
 BOTTA H  
 BOTTA-ZIMMERMAN M (Mme)  
 BOULAYE G (Prof. émérite)  
 BRAU J  
 BRISSAU M  
 BRUNET M  
 BRUNIE L  
 BUREAU JC  
 CAVAILLE JY  
 CHANTE JP  
 CHOCAT B  
 COUSIN M  
 DOUTHEAU A  
 DUFOUR R  
 DUPUY JC  
 EMPTOZ H  
 ESNOUF C  
 EYRAUD L (Prof. émérite)  
 FANTOZZI G  
 FAVREL J  
 FAYARD JM  
 FAYET M  
 FERRARIS-BESSO G  
 FLAMAND L  
 FLEISCHMANN P  
 FLORY A  
 FOUGERES R  
 FOUQUET R  
 FRECON L  
 GERARD JF  
 GIMENEZ G  
 GONNARD P  
 GONTRAND M  
 GOUTTE R (Prof. émérite)  
 GRANGE G  
 GUENIN G  
 GUICHARDANT M  
 GUILLOT G  
 GUINET A  
 GUYADER JL  
 GUYOMAR D  
 JACQUET-RICHARDET G  
 JOLION JM  
 JULLEN JF  
 JUTARD A (Prof. Emérite)  
 KASTNER R  
 KOULOUMDJIAN J  
 LAGARDE M  
 LALANNE M (Prof. émérite)  
 LALLEMAND A  
 LALLEMAND M (Mme)  
 LAREAL P  
 LAUGIER A  
 LAUGIER C

LEJEUNE P  
 LUBRECHT A  
 MARTINEZ Y  
 MAZILLE H  
 MERLE P  
 MERLIN J  
 MILLET JP

PHYSICOCHIMIE INDUSTRIELLE  
 GEMPPM\*  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 THERMODYNAMIQUE APPLIQUEE  
 MAPLY - MATHÉMATIQUES APPLIQUÉES DE LYON  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 AUTOMATIQUE INDUSTRIELLE  
 LAEPSI \*\*\*  
 VIBRATIONS ACOUSTIQUES  
 MECANIQUE DES SOLIDES  
 Equipe DEVELOPPEMENT URBAIN  
 Equipe DEVELOPPEMENT URBAIN  
 INFORMATIQUE  
 CENTRE DE THERMIQUE DE LYON - Thermique du bâtiment  
 GENIE ELECTRIQUE ET FERROELECTRIQUE  
 MECANIQUE DES SOLIDES  
 INGENIERIE DES SYSTEMES D'INFORMATION  
 THERMODYNAMIQUE APPLIQUEE  
 GEMPPM\*  
 CEGELY\*\*\*\* - Composants de puissance et applications  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL - Hydrologie urbaine  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL - Structures  
 CHIMIE ORGANIQUE  
 MECANIQUE DES STRUCTURES  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 RECONNAISSANCE DES FORMES ET VISION  
 GEMPPM\*  
 GENIE ELECTRIQUE ET FERROELECTRIQUE  
 GEMPPM\*  
 PRISMa - PProductique et Informatique des Systèmes Manufacturiers  
 BIOLOGIE FONCTIONNELLE, INSECTES ET INTERACTIONS  
 MECANIQUE DES SOLIDES  
 MECANIQUE DES STRUCTURES  
 MECANIQUE DES CONTACTS  
 GEMPPM\*  
 INGENIERIE DES SYSTEMES D'INFORMATION  
 GEMPPM\*  
 GEMPPM\*  
 INFORMATIQUE  
 MATERIAUX MACROMOLECULAIRES  
 CREATIS\*\*  
 GENIE ELECTRIQUE ET FERROELECTRIQUE  
 GEGELY\*\*\*\* - Composants de puissance et applications  
 CREATIS \*\*  
 GENIE ELECTRIQUE ET FERROELECTRIQUE  
 GEMPPM\*  
 BIOCHIMIE ET PHARMACOLOGIE  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 PRISMa - PProductique et Informatique des Systèmes Manufacturiers  
 VIBRATIONS ACOUSTIQUES  
 GENIE ELECTRIQUE ET FERROELECTRIQUE  
 MECANIQUE DES STRUCTURES  
 RECONNAISSANCE DES FORMES ET VISION  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL - Structures  
 AUTOMATIQUE INDUSTRIELLE  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL - Géotechnique  
 INGENIERIE DES SYSTEMES D'INFORMATION  
 BIOCHIMIE ET PHARMACOLOGIE  
 MECANIQUE DES STRUCTURES  
 CENTRE DE THERMIQUE DE LYON - Energétique et thermique  
 CENTRE DE THERMIQUE DE LYON - Energétique et thermique  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL - Géotechnique  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 BIOCHIMIE ET PHARMACOLOGIE  
 GENETIQUE MOLECULAIRE DES MICROORGANISMES  
 MECANIQUE DES CONTACTS  
 INGENIERIE INFORMATIQUE ET INDUSTRIELLE  
 PHYSICOCHIMIE INDUSTRIELLE  
 GEMPPM\*  
 GEMPPM\*  
 PHYSICOCHIMIE INDUSTRIELLE

MIRAMOND M  
 MOREL R  
 MOSZKOWICZ P  
 NARDON P (Prof. émérite)  
 NAVARRO A  
 NOURI A (Mme)  
 ODET C  
 OTTERBEIN M (Prof. émérite)  
 PASCAULT JP  
 PAVIC G  
 PELLETIER JM  
 PERA J  
 PERACHON G  
 PERRIAT P  
 PERRIN J  
 PINARD P (Prof. émérite)  
 PINON JM  
 PLAY D  
 POUSIN J  
 PREVOT P

PROST R  
 RAYNAUD M

REDARCE H  
 REYNOUARD JM  
 RIGAL JF  
 RIEUTORD E (Prof. émérite)  
 ROBERT-BAUDOUY J (Mme) (Prof. émérite)  
 ROUBY D  
 ROUX JJ  
 RUBEL P  
 RUMELHART C  
 SACADURA JF

SAUTERAU H  
 SCAVARDA S  
 THOMASSET D  
 TROCCAZ M  
 UNTERREINER R  
 VELEX P  
 VIGIER G  
 VINCENT A  
 VUILLERMOZ PL (Prof. émérite)  
 ZIMMERMANN M. (Mme)

Directeurs de recherche C.N.R.S. :  
 BERTHIER Y  
 COTTE-PATAT N (Mme)  
 FRANCIOSI P  
 MANDRAND MA (Mme)  
 QUINSON JL  
 ROCHE A  
 SEGUELA R

Directeurs de recherche I.N.R.A. :  
 FEBVAY G  
 GRENIER S

Directeurs de recherche I.N.S.E.R.M. :  
 PRINGENT AF (Mme)  
 MAGNIN I (Mme)

\*GEMPPM

\*\* CREATIS  
 TRAITEMENT DE L'IMAGE ET DU SIGNAL  
 \*\*\*LAEPSI

\*\*\*\*CEGELY

UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL – Hydrologie urbaine  
 MECANIQUE DES FLUIDES  
 LAEPSI\*\*\*  
 BIOLOGIE FONCTIONNELLE, INSECTES ET INTERACTIONS  
 LAEPSI\*\*\*  
 MAPLY - MATHÉMATIQUES APPLIQUÉES DE LYON  
 CREATIS\*\*  
 LEAPSI\*\*\*  
 MATERIAUX MACROMOLECULAIRES  
 VIBRATIONS ACOUSTIQUES  
 GEMPPM\*  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL – Matériaux  
 THERMODYNAMIQUE APPLIQUEE  
 GEMPPM\*  
 ESCHIL – Equipe Sciences Humaines de l'Insa de Lyon  
 PHYSIQUE DE LA MATIERE  
 INGENIERIE DES SYSTEMES D'INFORMATION  
 CONCEPTION ET ANALYSE DES SYSTEMES MECANQUES  
 MAPLY - MATHÉMATIQUES APPLIQUÉES DE LYON  
 GRACIMP – Groupe de Recherche en Apprentissage, Coopération et Interfaces Multimodales pour la Productique  
 CREATIS\*\*  
 CENTRE DE THERMIQUE DE LYON – Transferts Interfaces et Matériaux  
 AUTOMATIQUE INDUSTRIELLE  
 UNITE DE RECHERCHE EN GENIE CIVIL – Structures  
 CONCEPTION ET ANALYSE DES SYSTEMES MECANQUES  
 MECANIQUE DES FLUIDES  
 GENETIQUE MOLECULAIRE DES MICROORGANISMES  
 GEMPPM\*  
 CENTRE DE THERMIQUE DE LYON  
 INGENIERIE DES SYSTEMES D'INFORMATION  
 MECANIQUE DES SOLIDES  
 CENTRE DE THERMIQUE DE LYON – Transferts Interfaces et Matériaux  
 MATERIAUX MACROMOLECULAIRES  
 AUTOMATIQUE INDUSTRIELLE  
 AUTOMATIQUE INDUSTRIELLE  
 GENIE ELECTRIQUE ET FERROELECTRIQUE  
 CREATIS\*\*  
 MECANIQUE DES CONTACTS  
 GEMPPM\*  
 GEMPPM\*  
 MATIERE  
 Equipe Développement Urbain

MECANIQUE DES CONTACTS  
 UNITE MICROBIOLOGIE ET GENETIQUE  
 GEMPPM\*  
 UNITE MICROBIOLOGIE GENETIQUE  
 GEMPPM\*  
 MATERIAUX MACROMOLECULAIRES  
 GEMPPM\*

BIOLOGIE FONCTIONNELLE, INSECTES ET INTERACTIONS  
 BIOLOGIE FONCTIONNELLE, INSECTES ET INTERACTIONS

BIOLOGIE ET PHARMACOLOGIE  
 CREATIS\*\*

GROUPE D'ETUDE METALLURGIE PHYSIQUE ET PHYSIQUE  
 DES MATERIAUX  
 CENTRE DE RECHERCHE ET D'APPLICATIONS EN

LABORATOIRE d'ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DES  
 PROCEDES ET SYSTEMES INDUSTRIELS  
 CENTRE DE GENIE ELECTRIQUE DE LYON

## TABLE DES MATIÈRES

<b>TABLE DES MATIÈRES .....</b>	<b>iv</b>
<b>1. Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>2. Bibliographie.....</b>	<b>4</b>
2.1. Fluides de coupe .....	4
2.1.1. Généralités sur le travail des métaux .....	4
2.1.2. L'usinage.....	6
2.1.2.1. Usinage à sec .....	6
2.1.2.2. Usinage avec lubrifiant.....	6
2.1.3. Les fluides pour la coupe des métaux .....	8
2.1.3.1. Classification .....	10
2.1.3.2. Surface spécifique.....	11
2.1.3.3. Produits de base .....	12
2.1.4. Formation des émulsions .....	16
2.1.4.1. Diagramme de phases .....	17
2.1.4.2. Stabilité des émulsions .....	19
2.1.5. Contamination et dégradation des fluides de coupe .....	21
2.2. Procédé d'élimination par voie thermique.....	23
<b>3. Méthodologie.....</b>	<b>26</b>
3.1. Introduction .....	26
3.2. Justification des choix .....	27
3.2.1. Expérimentation sur une installation industrielle .....	27
3.2.2. Sélection des procédés pilotes .....	27
3.3. Approche par modèle global.....	29
3.3.1. Nouvelle méthodologie.....	29
3.3.2. Paramètres de contrôle.....	30
3.3.3. Critères étudiés.....	31
3.3.3.1. Qualité de la phase aqueuse.....	32
3.3.3.2. Efficacité de séparation.....	34
3.3.3.3. Performances techniques .....	35
3.3.3.4. Performances économiques .....	36
3.4. Méthodes d'analyses.....	37
3.4.1. Caractérisation .....	37
3.4.1.1. Fluides de coupe et phase aqueuse .....	37
3.4.1.2. Huiles.....	37



3.4.2. Évaluation de la contamination.....	39
3.4.2.1. Évaluation de la dégradation et de la contamination du fluide par les micro-organismes et l'acidité .....	39
3.4.2.2. Évaluation de la contamination par la conductivité.....	40
3.4.2.3. Les méthodes de mesures de la concentration.....	40
3.5. Protocole expérimental.....	43
3.5.1. Objectif .....	43
3.5.2. Les fluides de coupe.....	43
3.5.3. Planification expérimentale CMV .....	43
3.5.3.1. Modification du procédé.....	44
3.5.3.2. Plan d'expérience pour l'évaporation d'eau .....	46
3.5.3.3. Déroulement des essais.....	48
3.5.4. Planification expérimentale PAC.....	48
3.5.4.1. Instrumentation du procédé .....	48
3.5.4.2. Déroulement des essais.....	48
3.5.5. Planification expérimentale TPC .....	48
3.5.5.1. Déroulement des essais.....	49
3.6. Méthodes de calcul .....	50
3.6.1. Distillation de liquide non-miscible.....	50
3.6.2. Vitesse de la vapeur .....	51
3.6.2.1. Débit volumique de vapeur.....	51
3.6.2.2. Section de passage .....	52
3.6.3. Coefficient d'échange thermique global $k$ .....	54
3.6.3.1. Calcul de $k$ pour la CMV.....	54
3.6.3.2. Calcul de $k$ pour la PAC.....	59
3.6.3.3. Calcul de $k$ pour le TPC .....	61
3.6.3.4. Calcul de la résistance d'encrassement $R$ .....	63
3.6.4. Vitesse d'entartrage .....	63
3.6.4.1. Généralités .....	63
3.6.4.2. Recueil des données disponibles .....	64
3.6.4.3. Vitesse de dépôt pour le carbonate de calcium.....	71
3.6.5. Facteur de concentration et Consommation spécifique .....	72
3.6.6. Définitions des critères financiers.....	73
3.6.6.1. Calcul de rentabilité : Taux d'actualisation $t/VAN$ .....	73
3.6.6.2. Calcul du risque : DRI .....	74
3.6.6.3. Le taux interne de rentabilité : TIR.....	75
3.7. Rappels théoriques sur le fonctionnement du TPC .....	77
3.7.1. Définition du titre thermodynamique.....	77
3.7.2. Régimes thermique et hydraulique pour un tube vertical .....	77
3.7.3. Coefficient d'échange thermique en fonction du titre vapeur .....	79
3.7.4. Définition densité de flux critique .....	80

3.8. Approche intégrée.....	81
3.8.1. Effluent .....	81
3.8.1.1. Point de vue technique.....	81
3.8.1.2. Point de vue confidentialité .....	82
3.8.2. Transfert de matière .....	82
3.8.2.1. Utilisation de l'élément traceur .....	82
3.8.2.2. Masse d'huile.....	83
3.8.3. Transfert de chaleur .....	84
3.8.4. Analyse économique.....	85
3.8.4.1. Description de l'étude économique .....	85
3.8.4.2. Matrice de calcul.....	86
3.8.4.3. Démarche économique suivie.....	88
<b>4. Matériel .....</b>	<b>89</b>
4.1. Description du procédé CMV.....	89
4.1.1. Principe .....	89
4.1.2. Procédé.....	90
4.1.3. Cycle thermodynamique de l'eau .....	90
4.1.4. Moyens de mesure .....	92
4.2. Description du procédé PAC .....	94
4.2.1. Principe .....	94
4.2.2. Procédé.....	94
4.2.3. Cycle thermodynamique du fréon.....	96
4.2.4. Moyens de mesure .....	97
4.3. Description du procédé TPC.....	98
4.3.1. Description de la boucle Cannelle TPC .....	98
4.3.1.1. Circuit alimentation de l'évaporateur TPC .....	98
4.3.1.2. Principe .....	98
4.3.1.3. Circuit de retour du jus concentré.....	99
4.3.1.4. Circuit de retour du condensat de la vapeur produite .....	100
4.3.1.5. Circuit de vide.....	100
4.3.2. Circuit expérimental Tube à Passage de Courant .....	102
4.3.3. Moyens de mesure .....	102
4.4. Description de la technique membranaire d'UF.....	103
4.4.1. Principe .....	103
4.4.1.1. Définition.....	103
4.4.1.2. Phénomène de polarisation .....	103
4.4.1.3. Colmatage des membranes .....	105
4.4.2. Procédé.....	105
4.4.2.1. Pilote d'ultrafiltration tangentielle.....	105
4.4.2.2. Régulations .....	107
4.4.2.3. Paramètres de fonctionnement.....	107
4.4.2.4. Facteur de concentration volumique.....	108
4.4.3. Membrane .....	108

<b>5. Résultats expérimentaux.....</b>	<b>109</b>
5.1. Les fluides utilisés .....	109
5.1.1. Eau de ville de Saint-Etienne.....	109
5.1.2. Estimation de l'état de dégradation d'un fluide de coupe.....	112
5.1.3. Caractéristiques des fluides de coupe neufs et usés.....	114
5.2. CMV .....	116
5.2.1. Performance à l'eau .....	116
5.2.1.1. Nouvelle surface d'échange.....	116
5.2.1.2. Plan d'expérience à l'eau.....	116
5.2.1.3. Calcul de <b>k</b> pour l'évaporation nucléée .....	120
5.2.2. Essai sur les fluides de coupe à concentration constante.....	122
5.2.2.1. Fonctionnement de l'évaporation .....	122
5.2.2.2. Bilan sur le traitement.....	127
5.2.2.3. Formation éventuelle d'un gel .....	129
5.2.3. Essai sur les fluides de coupe à concentration variable .....	131
5.2.3.1. Cas des fluides biphasiques de type micro-émulsions.....	131
5.2.3.2. Cas du fluide monophasique de type solution .....	134
5.2.4. Transfert de chaleur .....	136
5.2.4.1. Étude sur la variation de débit .....	136
5.2.4.2. Résistance par encrassement.....	137
5.2.5. Qualité de la phase aqueuse .....	139
5.2.5.1. Caractéristiques.....	139
5.2.5.2. Fraction d'huile.....	143
5.2.5.3. Test de recyclage .....	147
5.2.6. Efficacité de séparation.....	147
5.2.6.1. Distillation d'un mélange non-miscible.....	147
5.2.6.2. Entraînement mécanique de gouttes .....	148
5.2.6.3. Rendement .....	150
5.2.7. VAN/DRI.....	151
5.2.8. Synthèse .....	154
5.3. PAC .....	157
5.3.1. Performance à l'eau .....	157
5.3.1.1. Valeurs de référence .....	157
5.3.1.2. Calcul de <b>k</b> pour l'évaporation « Flash ».....	157
5.3.2. Essai sur les fluides de coupe à concentration constante.....	158
5.3.2.1. Cas des fluides biphasiques de type micro-émulsions.....	158
5.3.2.2. Cas du fluide monophasique de type solution .....	167
5.3.3. Essai sur les fluides de coupe à concentration variable .....	167
5.3.4. Transfert de chaleur .....	169
5.3.4.1. Variation du débit .....	169
5.3.4.2. Résistance par encrassement.....	170
5.3.5. Qualité de la phase aqueuse .....	171
5.3.5.1. Caractéristiques.....	171
5.3.5.2. Fraction d'huile.....	172

5.3.5.3. Test de recyclage .....	174
5.3.6. Efficacité de séparation.....	174
5.3.6.2. Entraînement mécanique de gouttes .....	175
5.3.6.3. Rendement .....	176
5.3.7. VAN/DRI.....	177
5.3.7.1. Cas général.....	177
5.3.7.2. Influence du facteur de concentration.....	178
5.3.8. Synthèse .....	179
5.4. TPC.....	182
5.4.1. Performance à l'eau .....	182
5.4.1.1. Essais en eau pure ou assimilée.....	182
5.4.1.2. Température de paroi interne du tube - Coefficients d'échange thermique global $k$ .....	183
5.4.2. Essai sur les fluides de coupe.....	185
5.4.2.1. Fluide neuf.....	185
5.4.2.2. Fluide utilisé.....	186
5.4.3. Transfert de chaleur .....	187
5.4.3.1. Variation de la pression .....	187
5.4.3.2. Expertise du tube après essais.....	187
5.4.4. Qualité de la phase aqueuse .....	188
5.4.4.1. Caractéristiques.....	188
5.4.4.2. Test de recyclage .....	190
5.4.5. Efficacité de séparation.....	190
5.4.5.1. Distillation d'un mélange non-miscible.....	190
5.4.5.2. Entraînement mécanique de gouttes .....	191
5.4.5.3. Rendement .....	193
5.4.6. Le résidu.....	193
5.4.7. VAN/DRI.....	193
5.4.8. Synthèse .....	194
5.5. Estimation économique .....	197
5.5.1. Influence des paramètres.....	197
5.5.5.1. Coût d'élimination .....	197
5.5.5.2. Volume .....	199
5.5.5.3. Aide financière.....	200
5.5.5.4. Facteur de concentration.....	202
5.5.2. Étude du risque .....	203
5.5.2.1. DRI en fonction du coût d'élimination et du volume .....	203
5.5.2.2. DRI en fonction de la capacité de traitement.....	205
5.5.3. Quelques cas de l'Industrie Mécanique .....	206
5.5.4. Synthèse .....	208

<b>6. Discussion .....</b>	<b>209</b>
6.1. Introduction .....	209
6.2. Comparaison.....	210
6.2.1. Des fluides de coupe .....	210
6.2.1.1. Conductivité.....	210
6.2.1.2. Valeurs de <b>k</b> .....	210
6.2.2. Des trois procédés .....	212
6.2.2.1. Analyse technique de l'influence de la pression.....	212
6.2.2.2. Analyse technique de l'influence de l'encrassement au tartre.....	214
6.2.2.3. Analyse économique des procédés .....	220
6.3. Amélioration de la phase aqueuse .....	224
6.3.1. Augmentation de l'efficacité de séparation .....	224
6.3.2. Ajout d'un traitement membranaire.....	224
6.3.2.1. Évaporateur et ultrafiltration.....	225
6.3.2.2. Ultrafiltration et évaporateur .....	229
6.4. Amélioration des procédés .....	233
6.4.1. Technique.....	233
6.4.1.1. Paramètres pour éviter la formation de gel.....	233
6.4.1.2. Augmentation du refroidissement pour la CMV .....	235
6.4.1.3. Paramètre pour éviter la densité de flux critique .....	238
6.4.1.4. Estimation du facteur de concentration .....	244
6.4.2. Économique – Optimisation des coûts.....	248
6.4.2.1. Diminution de l'encrassement au tartre pour la CMV.....	248
6.4.2.2. Diminution de la consommation spécifique pour la PAC .....	249
6.5. Perspectives .....	251
6.5.1. Rentabilité.....	251
6.5.2. Les autres effluents .....	251
6.5.3. La teneur en eau du résidu .....	252
6.6. Synthèse des travaux .....	254
<b>7. Conclusion générale.....</b>	<b>257</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>261</b>
<b>ANNEXE 1 : Eau DE la ville de Grenoble .....</b>	<b>269</b>
<b>ANNEXE 2 : Méthodes d'analyses .....</b>	<b>271</b>
<b>ANNEXE 3 : Relevés des différents essais du TPC .....</b>	<b>277</b>

## 1. INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le secteur de l'Industrie Mécanique Française fait face à un coût d'élimination de plus en plus élevé dû aux volumes croissants d'effluents de fluides de coupe usés à traiter en centre spécialisé. En effet, les opérations d'usinages génèrent 600 000 m<sup>3</sup>/an d'effluents de fluides de coupe, principalement sous forme de micro-émulsion (97 % du marché). Leurs propriétés lubrifiantes sont trop dégradées pour envisager leur épuration et leur recyclage. Ils ne peuvent être mis à l'égout pour des raisons évidentes de toxicité et de DCO importante (de l'ordre de 180 g/l). Actuellement, ils sont détruits par la filière d'élimination d'Évapo-Incineration, une opération très coûteuse (150 €/m<sup>3</sup>) du fait de leur forte teneur en eau (>96 %) et des frais de transport. Le traitement global actuel des Déchets Industriels Spéciaux (DIS) de cette activité revient chaque année à 90 M€. Mais aujourd'hui, dans un contexte environnemental de diminution des risques du transport routier et de maîtrise des rejets polluants, notre orientation propose d'agir sur la réduction des flux sortant directement de l'atelier. L'enjeu du secteur industriel passe par l'implantation d'un procédé de concentration par évaporation au sein de l'atelier. Les entreprises mécaniciennes réaliseront ainsi la réduction des coûts de traitement et la diminution de l'impact des activités sur l'environnement (économie de la ressource hydrique). Cette solution va dans le sens des normes de type ISO 14000 qui incitent les industriels à s'équiper de matériels afin de contrôler leurs rejets et de diminuer les coûts d'élimination des effluents. Les PME intègrent alors une politique de gestion de leurs effluents issue du cœur de leur activité mécanicienne.

L'objectif de ce travail de thèse est de développer une nouvelle méthodologie permettant l'étude expérimentale et économique des principaux **procédés d'évaporation** (compression mécanique de vapeur **CMV**, pompe à chaleur **PAC**, tube à passage de courant **TPC**) sur le traitement des fluides de coupe usés. La mise en œuvre de ces pilotes industriels de capacité 1 m<sup>3</sup>/j conduit, en plus de la réduction des volumes d'effluents, à la possible réutilisation de la phase aqueuse récupérée. Nous mènerons une étude scientifique complète sur l'opération de concentration par évaporation des fluides de coupe usés pour apporter une réponse en termes de faisabilité et de rentabilité au secteur des PME Mécaniciennes Françaises.

La méthodologie développée dans ce mémoire se base sur l'étude des critères suivants : la qualité de la phase aqueuse, l'efficacité de séparation, la performance technique et la performance économique du procédé d'évaporation sous vide. Nous allons en particulier évaluer la qualité de la phase aqueuse. L'étude scientifique permet de relier les critères aux paramètres de contrôle du procédé. Nous proposerons une approche intégrée sur les points suivants : le transfert de matière, le transfert de chaleur et l'analyse économique. Le transfert de matière nous renseigne sur les facteurs qui entrent en jeu pour le rendement de séparation entre l'effluent et la phase aqueuse. Le transfert de chaleur nous permet d'identifier les paramètres pour suivre le comportement des fluides en termes d'échange thermique.

L'analyse économique détermine le contexte de rentabilité et de risque du projet à partir de méthode traditionnelle de calcul. Nous déterminerons, au moyen de la méthodologie novatrice, les performances et les limites de chaque technique. Nous réaliserons l'optimisation des paramètres. Nous discuterons de leur importance afin d'obtenir une vue globale des procédés.

Une technologie simple, d'utilisation fiable et rentable économiquement, doit être proposée aux entreprises pour une prise en charge de son type d'effluent. L'expérimentation sur les effluents et les fluides neufs va permettre de connaître les flux sortant de l'évaporateur, le résidu et la phase aqueuse. Le résidu correspond à la réduction de volume de l'effluent ; cette quantité incompressible est à éliminer vers les centres spécialisés. La phase aqueuse sera étudiée en fonction de deux points : le premier, en fonction des critères réglementaires pour valider la conformité au rejet vers le réseau collectif, le second, en fonction des tests standards sur les propriétés des fluides pour valider la réutilisation de la phase aqueuse au sein de l'atelier en vue de former un nouveau fluide de coupe.

Pour effectuer nos travaux de recherche, les fluides représentatifs du marché ont été choisis en collaboration avec les entreprises mécaniciennes utilisatrices et les fournisseurs de lubrifiants. Nous allons expérimenter les procédés sur cinq fluides de coupe représentatifs du domaine.

Cette étude a permis de favoriser les échanges et de développer un lien entre les différents partenaires intéressés tels que :

- les constructeurs des appareillages (H<sub>2</sub>O, Led Italia, Actini et TIA) qui font part de leurs dernières avancées technologiques ;
- les fournisseurs de lubrifiants (tels que Condat, Elf, Motul) ;
- les entreprises de l'Industrie Mécanique qui utilisent des fluides de coupe pour l'usinage et en conséquence produisent des fluides usés ;
- la Région Rhône-Alpes qui finance le projet dans l'axe du programme thématique de « **GENIE INDUSTRIEL - GENIE DES PROCEDES ET MANUFACTURING** » ;
- les organismes de recherche du Centre Techniques des Industries Mécaniques, de l'École Nationale Supérieure des Mines et de l'Institut Universitaire Technologique de Saint-Etienne.

Le mémoire s'articule en sept chapitres :

L'introduction positionne la problématique du traitement des fluides de coupe usés de l'Industrie Mécanique Française.

Le deuxième chapitre fournit un aperçu bibliographique des fluides de coupe et du traitement en centre spécialisé d'Évapo-Incineration.

Le troisième chapitre montre l'approche méthodologique qui a été élaborée afin de répondre au problème en termes de faisabilité technique et de rentabilité économique. L'approche méthodologique définit les paramètres de contrôle du procédé et les critères d'évaluation, énonce la planification expérimentale de chaque procédé étudié et présente les méthodes d'analyses et de calcul spécifique aux critères. Elle se termine par l'approche intégrée qui montre une façon novatrice d'opérer par la prise en compte des divers éléments tels que le transfert de matière, le transfert de chaleur et l'analyse économique.

Le quatrième chapitre énonce la description du matériel en particulier les procédés d'évaporation sous vide tels que Compression Mécanique de Vapeur (CMV), Pompe À Chaleur (PAC), Tube à Passage de Courant (TPC) et une technique membranaire d'Ultra-Filtration (UF).

Le cinquième chapitre présente les résultats expérimentaux issus des différentes techniques. La première section présente les fluides utilisés comme l'eau de ville et les fluides de coupe neufs et usés. La deuxième section s'intéresse au procédé CMV, qui se détaille en huit sous-sections : la performance à l'eau, l'expérimentation des fluides de coupe à concentration constante, les essais sur les fluides de coupe à concentration variable, le transfert de chaleur, la qualité de la phase aqueuse, l'efficacité de séparation, les valeurs des critères financiers et la synthèse de l'ensemble des résultats obtenus. Le plan des sous-sections est identique pour les sections procédés PAC et TPC. La cinquième section présente le calcul de l'estimation économique ; quatre sous-sections la composent : l'influence des paramètres (coût d'élimination, volume d'effluent, etc.), l'étude du risque propre à l'implantation du projet, le rapport de quelques cas de l'Industrie Mécanique et la synthèse.

Le sixième chapitre discute l'ensemble des travaux en six sections. La première section introduit le développement. La deuxième section présente la comparaison, d'une part, sur les fluides de coupe et d'autre part, sur les procédés d'évaporation d'ordre technique et économique. La troisième section s'intéresse à l'amélioration de la phase aqueuse par le biais de l'efficacité de séparation et du couplage d'une technique membranaire. La quatrième section explicite l'amélioration des procédés par un volet technique et par un volet sur l'optimisation des coûts économiques. La cinquième section propose des solutions pragmatiques en vue de rentabiliser le traitement. La sixième section récapitule les points essentiels et montre que l'économie joue le rôle de bras de levier dans l'amélioration des techniques existantes.

Dans le septième chapitre, grâce à la nouvelle méthodologie développée qui prend en compte l'approche intégrée, nous tenterons de répondre aux PME Mécaniciennes sur l'implantation d'une solution technico-économique pour le traitement des effluents de fluides de coupe.



## 2. BIBLIOGRAPHIE

### 2.1. Fluides de coupe

L'Industrie Mécanique utilise un volume important de fluides de coupe dans son activité pour le travail des métaux. D'une manière générale, nous allons donner un aperçu sur les différentes catégories par leur classification et sur les produits utilisés lors de la formulation. Nous examinerons la formation des émulsions et, plus particulièrement, les facteurs qui contribuent à la stabilité. Enfin, nous présenterons la dégradation et les contaminations auxquelles les fluides de coupe aqueux sont sujets.

#### 2.1.1. Généralités sur le travail des métaux

Les Industries Mécaniques utilisent de grands volumes ( $600\,000\text{ m}^3/\text{an}$ ) [CPL, 1998] de fluides destinés au travail des métaux, tant dans le domaine de l'usinage par enlèvement de métal (coupe) que pour d'autres opérations telles que l'emboutissage, le laminage, le forgeage, ...

Ces fluides permettent principalement :

- de lubrifier l'interface entre la pièce et l'outil afin de réduire les phénomènes de frottement qui amènent à l'usure de l'outil et à un échauffement sensible des matériaux ;
- d'éliminer une partie des calories produites par la transformation du travail mécanique en effet joule ;
- d'évacuer les copeaux dans les opérations de coupe des métaux ;
- de protéger les pièces et les machines des phénomènes de corrosion, notamment lors de l'utilisation de fluides aqueux.

La Figure 1 présente la formation d'un copeau lors d'une opération d'usinage entre une pièce et un outil. L'énergie mécanique mise en jeu se transforme en chaleur dans la zone de cisaillement due aux forces de friction (déformation et arrachement du copeau) et de frottement. L'énergie dissipée est très importante [Cetim, 1989].

La Figure 2 présente le flux de chaleur dissipée dans la région du cisaillement. Le bilan thermique de l'énergie mécanique, convertie en chaleur, montre que 80 % se localise dans la région du cisaillement, 18 % dans l'interface copeau-outil et 2 % dans l'interface outil-pièce. Sur la région de coupe, seulement 5 % est absorbé par la pièce ; le 75 % restant est évacué par le copeau.

Pour ne pas abîmer les matières, les pièces et les outils, il est nécessaire de refroidir et de lubrifier, d'où l'usage des fluides de coupe.

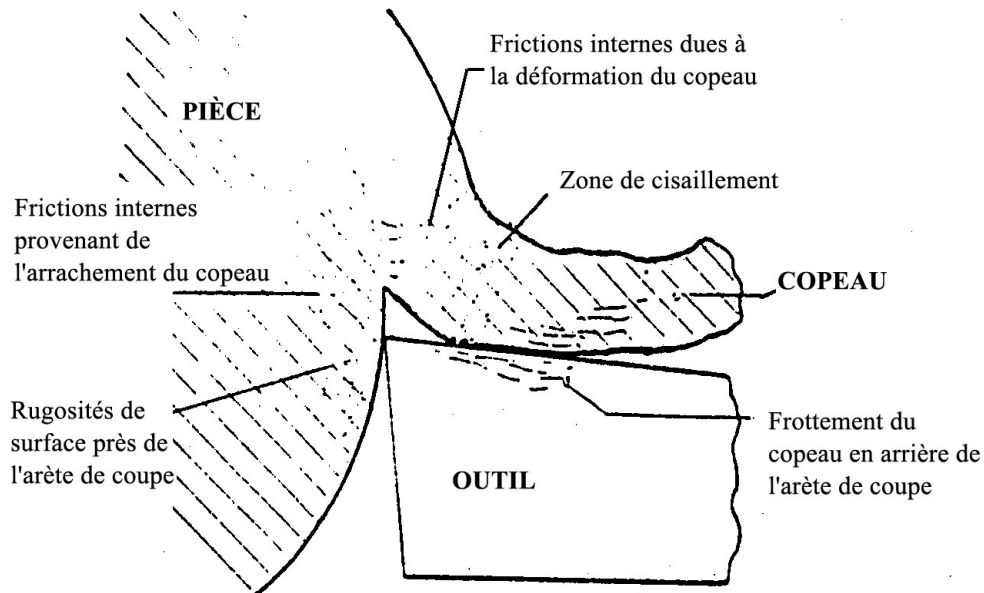


Figure 1: Formation du copeau lors de l'usinage [Cetim, 1989].

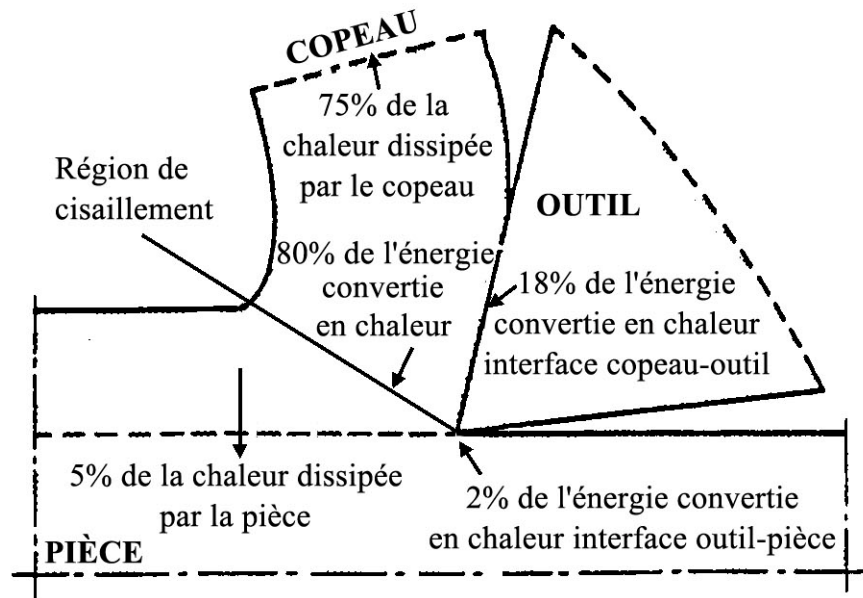


Figure 2 : Énergie dissipée dans la région du cisaillement [Cetim, 1989].

### 2.1.2. L'usinage

Selon les types de matériaux à traiter et de machines outils utilisées, différentes méthodes d'usinage peuvent être mises en oeuvre : l'usinage à sec sans utilisation de fluide de coupe ou l'usinage avec lubrifiant.

#### 2.1.2.1. Usinage à sec

Dans l'usinage traditionnel de certains matériaux comme les fontes, le travail à sec s'impose. Un faible pourcentage de cobalt dans la composition des outils permet d'améliorer la résistance et de dépasser les 1 000 °C dans l'usinage à sec des aciers. Les récents progrès des revêtements ont permis de mettre au point des nuances de tournage et de fraisage destinées à l'usinage sans dégradation des performances de coupe. Les résultats démontrent que la durée de vie des outils est multipliée par trois dans le cas de la fonte et les vitesses d'usinage doublent dans le cas de l'acier inoxydable.

L'usinage à sec suppose une surveillance accrue des pièces pour éviter leurs déformations et s'adresse à une partie de la Mécanique hautement spécialisée, ne représentant que quelques cas ponctuels [Industries et Techniques, 1999].

Envisager l'usinage sans lubrifiant pose le problème de la formation, de l'évacuation du copeau et de la stabilité du système pièce-outil. Il est parfois plus facile de répondre à ces fonctions par l'usage d'un fluide.

#### 2.1.2.2. Usinage avec lubrifiant

La base d'une production de grande série de pièces est l'obtention d'un plus grand nombre dans un minimum de temps ou de la plus grande quantité de copeaux entre deux affûtages de l'outil.

L'opération d'usinage met en évidence deux variables étroitement liées :

- la vitesse de coupe ;
- la durée de vie de l'outil entre deux affûtages.

L'usure de l'outil prend une grande importance dans le prix de revient d'une pièce usinée. Il en résulte, du fait des nombreux arrêts destinés aux affûtages et aux remplacements de l'outil, une augmentation des temps « non productifs » qui pénalisent la production de grandes séries de pièces.

La nécessité de travailler à la vitesse de coupe maximale possible, compte tenu des impératifs de durée de vie de l'outil, fait apparaître le rôle important joué par les fluides de coupe.

Des travaux empiriques ont été réalisés pour mettre en évidence l'importance du lubrifiant dans l'usinage. Les droites de Taylor [Cetim, 1989] présentent les performances de la durée de vie de l'outil en fonction de la vitesse de coupe pour deux lubrifiants différents (A et B).

Le choix du lubrifiant permet :

- de conserver une durée de vie constante en vue d'augmenter la vitesse de coupe ;
- de garder une vitesse de coupe constante pour augmenter la durée de vie de l'outil.

Ces mesures expérimentales ne donnent pas suffisamment de précision ; les droites sont concourantes, ce qui rend inexploitable les résultats dans cette région (choix du fluide indéfini suivant le point de fonctionnement).

La Figure 3 montre que pour une vitesse de 100 m/min, la durée de vie de l'outil évolue de 7 min (lubrifiant A) à 10 min (lubrifiant B). Le lubrifiant B améliore la durée de vie de l'outil.

De nos jours, dans la sélection des fluides de coupe aqueux, outre les facteurs affectant la performance de coupe proprement dite, il faut aussi considérer :

- la stabilité dans le temps ;
- la résistance à l'attaque bactérienne ;
- les propriétés anti-corrosion.

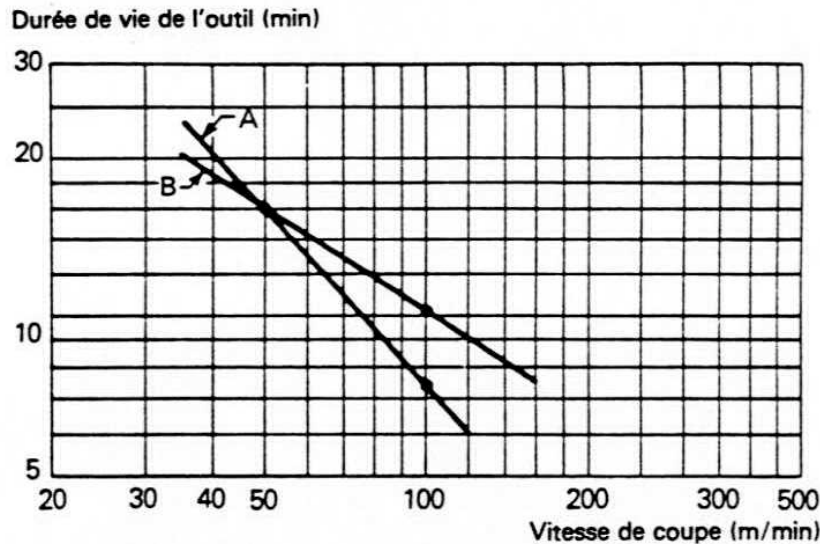


Figure 3 : Sélection d'un lubrifiant par les droites de Taylor [Cetim, 1989].

### 2.1.3. Les fluides pour la coupe des métaux

Le fluide de coupe est un liquide qui, appliqué par arrosage sur la partie active d'un outil, facilite l'opération d'usinage et contribue à améliorer la durée de vie de l'outil. Il permet la consolidation de l'activité de production par l'augmentation de l'un des paramètres de la coupe (vitesse, tenue dans le temps,...).

Nous pouvons distinguer deux familles de fluides de coupe distinctes : les huiles de coupe entières et les fluides de coupe aqueux.

Ces produits anhydres sont employés sans ajout d'eau. Les huiles entières sont préférées pour les opérations nécessitant une lubrification importante (opérations de coupe difficiles, à faibles vitesses, débit de copeaux élevé, excellent fini de surface).

Ces produits à base d'huile sont livrés concentrés et sont utilisés à de faibles concentrations dans l'eau, de l'ordre de 1 % à 10 %. Ils apportent, à des vitesses de coupe élevées, les propriétés de refroidissement nécessaires lorsque la quantité de chaleur engendrée par la coupe augmente.

L'eau est le meilleur agent de refroidissement mais n'a aucune qualité lubrifiante, à contrario, l'huile est un bon lubrifiant mais n'a que peu de propriétés de refroidissement. Le fluide de coupe utilise la combinaison des deux propriétés.

Le Tableau 1 compare les propriétés de refroidissement comme la chaleur spécifique, la chaleur de vaporisation et la conductibilité thermique.

**Tableau 1 : Propriétés de refroidissement de l'eau et de l'huile minérale.**

	<b>Chaleur Spécifique (J / g °C)</b>	<b>Chaleur de vaporisation (J / g)</b>	<b>Conductibilité thermique (W / cm °C)</b>
Huile minérale	1,88	283	0,00125
Eau	4,2	2257	0,0063
Rapport Eau/Huile	2	8	5

Le fluide d'arrosage sert à la lubrification et au refroidissement. Ce fluide, pour être un bon agent de refroidissement, doit posséder des grandeurs physiques qui facilitent le transfert de chaleur :

- une chaleur spécifique élevée ;
- une chaleur de vaporisation élevée ;
- une conductibilité élevée.

L'eau possède ces caractéristiques, ce qui en fait donc un bon agent de refroidissement. La lubrification est assurée quant à elle par les propriétés de corps gras des huiles.

La chaleur spécifique de l'huile minérale est de 1,88 J / g °C tandis que celle de l'eau est de 4,2 J / g °C (valeur deux fois plus importante).

La chaleur de vaporisation est très importante pour l'eau (2257 J / g) alors que pour l'huile, cette valeur est faible (283 J / g). Cette grandeur représente la capacité à évacuer de la chaleur par changement d'état.

La conductibilité thermique de l'eau est supérieure à l'huile (0,0063 au lieu de 0,00125 W/cm °C).

La comparaison entre l'huile minérale et l'eau montre le pouvoir de refroidissement apporté par leurs caractéristiques physiques.

Les fluides de coupe aqueux sont constitués d'un mélange d'huile et d'eau auquel est ajouté un agent émulsifiant, en vue d'obtenir des dispersions stables de gouttes d'huile dans l'eau.

Les fluides de coupe sont additivés afin de leur apporter des propriétés (anti-usure, extrême pression) qui sont recherchées pour satisfaire les différentes conditions d'usinage.

L'emploi des fluides de coupe représente pour 1998 en France, un marché de 30 320 tonnes de concentré contre 35 618 tonnes pour les huiles entières [CPL, 1998].

Le concentré est en moyenne dilué à 5 %, le volume mis en jeu est de l'ordre de 600 000 m<sup>3</sup> par an de fluides neufs utilisés par l'Industrie Mécanique.

### 2.1.3.1. Classification

La norme NF ISO 6743/7 (Avril 1987) [ISO 6743/7, 1987] présente la classification des fluides pour le travail des métaux.

Cette norme distingue trois catégories principales de fluides de coupe aqueux, présentées au Tableau 2 :

- les émulsions (macro-émulsion);
- les micro-émulsions ;
- les solutions.

**Tableau 2: Description et aspects des émulsions et solutions.**

ISO-L	Catégories	Description	Aspect
MAA à MAD	Émulsion	Émulsion plus ou moins fine d'huile minérale et d'additifs dispersés et stabilisés dans l'eau par un ou des émulseurs	Laiteux
MAE à MAF	Micro-émulsion	Émulsion très fine d'huile minérale et additifs dispersés et stabilisés dans l'eau par un taux très élevé d'émulseurs	Translucide devenant opaque en service
MAG à MAH	Solution	Solution dans l'eau d'inhibiteurs de corrosion, d'agent de surface	Transparent et coloré

Les émulsions, dispersion d'une huile dans l'eau, aussi appelées « huiles solubles », sont obtenues par mélange d'huile minérale dans de l'eau en présence d'un agent émulseur. Ce dernier est constitué par un ou plusieurs agents tensioactifs (provoquant la dispersion d'huile dans l'eau) et par différents adjuvants spécifiques. L'aspect d'une émulsion est laiteux et la taille des particules dispersées est de l'ordre de 500 nm, voire davantage.

Les micro-émulsions sont des émulsions très fines d'huile minérale dans l'eau, obtenues par un renforcement de l'agent émulsateur. Leur aspect est translucide et devient opaque en service. La taille des gouttelettes d'huile est d'environ 50 à 100 nm.

Les solutions vraies, exemptes d'huile minérale, sont constituées d'un mélange d'agents anticorrosion et d'additifs divers complètement solubles dans la phase aqueuse.

#### 2.1.3.2. Surface spécifique

Des communications avec les fournisseurs de lubrifiants nous ont permis de comparer les micro-émulsions avec les émulsions suivant le critère de surface spécifique. L'objet est de définir la catégorie du fluide de coupe pour effectuer les travaux de recherche en tenant compte de la représentativité du marché.

Le calcul de la surface spécifique est défini avec les grandeurs du rayon de la goutte et de la quantité d'huile. Le volume d'huile, pris sur un volume initial de 50 litres de concentré, est déduit à partir du pourcentage moyen. La surface totale de l'huile, en contact avec la phase aqueuse, se calcule à l'aide des formules du volume et de la surface de la sphère. La surface spécifique exprime une surface d'huile ramenée à sa propre quantité. Les résultats des diverses étapes de calcul sont recensés dans le Tableau 3.

**Tableau 3 : Comparaison des surfaces spécifiques.**

<b>Fluide</b>	<b>Émulsion</b>	<b>Micro-émulsion</b>
Rayon (nm)	250	25
Huile dans le concentré (%)	50 à 70	5 à 15
Volume d'huile (l)	30	5
Surface totale (m <sup>2</sup> )	360	600
Masse d'huile (kg) $d^{15} = 0,9$	27	4,5
Surface spécifique (m <sup>2</sup> /kg)	13	130



La surface spécifique de l'huile met en valeur le caractère lubrifiant du fluide de coupe aqueux. En effet, plus la surface spécifique d'une émulsion est importante, plus son caractère lubrifiant sera important [Elf, 1998].

Les résultats du Tableau 3 montrent qu'une micro-émulsion est plus efficace en ce qui concerne le pouvoir lubrifiant qu'une émulsion, puisque sa surface spécifique est multipliée par un facteur 10 (tandis que le rayon diminue d'un facteur 10).

Pour l'émulsion, le calcul de la surface spécifique donne  $13 \text{ m}^2/\text{kg}$ , avec un rayon de goutte de 250 nm et une masse d'huile de 27 kg. La surface spécifique de la micro-émulsion est de  $130 \text{ m}^2/\text{kg}$ .

L'utilisation des micro-émulsions pour l'usinage offre un gain du pouvoir lubrifiant sur des contraintes de coupe qui deviennent de plus en plus sévères. La diminution de la taille de la goutte d'huile permet de doubler la surface totale de lubrification ( $600$  au lieu de  $360 \text{ m}^2$ ), avec la réalisation d'une économie sur la quantité d'huile, au détriment de la « matière active » qui permet la mise en émulsion fine.

Le pouvoir lubrifiant des micro-émulsions et leur forte présence en volume vendu sur le marché Français [CPL, 1998] ont permis de faire le choix de la catégorie du fluide pour les essais expérimentaux sur la mise au point d'une opération de traitement en interne pour réduire la fraction aqueuse de l'effluent.

#### 2.1.3.3. Produits de base

Les produits de base qui servent à la formulation des fluides de coupe sont [D'Hollander, 1995] : le lubrifiant mis en émulsion, les émulseurs et les additifs divers (antimousse, bactéricides, etc...).

##### Lubrifiants

Les lubrifiants généralement utilisés sont des huiles minérales provenant de la distillation du pétrole brut, hautement raffiné. Ces huiles sont un mélange complexe d'hydrocarbures de structures variées : paraffines, isoparaffines, cyclanes, hydrocarbures benzéniques substitués, hydrocarbures hétérocycliques.

Pour des raisons de commodité de mise en émulsion, les huiles minérales utilisées sont de viscosité assez faible ( $10$  à  $20 \text{ mm}^2/\text{s}$  à  $40^\circ\text{C}$ ). Dans certains cas, les huiles minérales sont mélangées avec des corps gras d'origine animale ou végétale. Ces corps peuvent contenir un composé soufré qui sert alors d'additif extrême pression améliorant les performances de l'opération de coupe des métaux.

### Émulgateurs

Un émulateur est une espèce chimique ayant le pouvoir de modifier la tension superficielle de la goutte. Ce pouvoir tensioactif découle d'une structure moléculaire bien déterminée, constituée par un radical dit lipophile et un radical dit hydrophile.

Les agents tensioactifs les plus utilisés sont des tensioactifs anioniques du type savon carboxylates ou sulfonates.

Il est à noter que certains émulateurs possèdent également un pouvoir anticorrosion (en particulier les savons d'acides gras et d'acides-amino) et participent à la protection contre la corrosion des ferreux.

La tendance à la formation d'une émulsion (suspension de particules liquides dans un autre liquide non miscible) est essentiellement fonction des solubilités respectives des tensioactifs émulsionnant dans chacun des liquides.

La formation d'une émulsion nécessite l'uniformisation des tensions superficielles des deux liquides, c'est-à-dire une tension interfaciale nulle.

Les deux conditions, solubilité et tension superficielle nulle, sont nécessaires pour la formation d'une émulsion, mais ne sont pas suffisantes pour assurer la stabilité.

La loi de Stokes traduit le phénomène de décantation de la phase dispersée en Équation 1 :

$$V = \frac{2}{9} \frac{g(d_1 - d_2)r^2}{\eta}$$

**Équation 1 : Loi de Stokes.**

- $V$  : vitesse de décantation, (cm/s)  
 $g$  : accélération de la pesanteur, (cm/s<sup>2</sup>)  
 $d_1$  : densité de la phase dispersée, (huile, g/cm<sup>3</sup>)  
 $d_2$  : densité de la phase continue, (eau, g/cm<sup>3</sup>)  
 $r$  : rayon de la particule d'huile, (cm)  
 $\eta$  : viscosité de la phase continue, (eau, g/cm.s)

Au moment de la dispersion, le rayon des particules dépend initialement de l'énergie mise en œuvre pour vaincre les forces de cohésion. L'émulateur diminue fortement cette énergie. Au cours du stockage, ces particules, si elles ont une charge électrique nulle, elles tendent à s'agglomérer. Ainsi le rayon de la particule d'huile augmente, par conséquent, la vitesse de décantation augmente.

Un tensioactif polaire, se concentrant aux interfaces, assurera une charge électrique aux particules. Les charges électriques de même signe se repoussant, le phénomène de coalescence se trouvera retardé.

Les émulseurs sont classés en quatre familles :

#### Anioniques

Ce sont des émulseurs polaires :

- l'anion constitue la partie lipophile ;
- le cation la partie hydrophile.

Exemples : sulfonates, carboxylates de métaux alcalins et alcanolamines.

#### Cationiques

Ce sont des émulseurs polaires :

- le cation constitue la partie lipophile ;
- l'anion la partie hydrophile.

Exemples : acétates, chlorhydrates d'amines grasses.

#### Amphotères

Ce sont des corps polyfonctionnels qui prennent, suivant le pH, un caractère anionique ou cationique.

Exemples : sels d'aminoacides.

#### Non-ioniques

Ce sont des émulseurs non polaires.

La partie lipophile est constituée par une chaîne grasse.

La partie hydrophile est constituée par une chaîne oxygénée, soluble dans l'eau (sorbitol, poly-oxy-éthylène, poly-oxy-propylène).

#### Additifs divers

##### Les agents cotensioactifs

Les « tiers solvants » solubilisent les phases aqueuse et organique (coexistence de produits à caractères hydrophile et lipophile) afin de rendre le mélange homogène à une concentration donnée.

Ces composés de type alcool (butyldiglycol, alcool benzylique), très solubles dans l'eau, assurent la formation de l'émulsion par solubilisation du concentré dans l'eau. De même, ils ont un rôle important au niveau de la stabilité des émulsions, se localisent au niveau de l'interface huile/eau entre deux têtes polaires de tensioactifs ioniques et augmentent ainsi la densité du film interfacial.

##### Inhibiteurs de corrosion

Ces composés ont pour « mission », d'éviter les problèmes de corrosion de pièces métalliques lors de l'usinage.

En fonction de leur structure chimique, les émulseurs polaires ont des propriétés anti-corrosion plus ou moins marquées, en particulier les savons d'acides gras, d'acides aminés avec amines grasses (octadécylamine) et amines éthoxylées. L'inhibition de la corrosion peut se faire en combinant les savons d'alcanolamine avec un sel tel que le nitrite de sodium, ce type de formulation est aujourd'hui abandonné pour des raisons d'Hygiène et Sécurité.

#### Agents anti-mousse

Dans certaines conditions, l'utilisation de tensioactifs peut provoquer des mousses importantes.

Ce phénomène de moussage peut être combattu en utilisant les composés suivants : cires microcristallines, émulsion de silicone, savon d'aluminium,...

#### Agents biocides

Pour éviter l'attaque du fluide de coupe par les bactéries, les algues et les champignons, on utilise des bactéricides et des fongicides qui sont des produits chimiques complexes.

Ces produits sont des libérateurs de formol ou des composés dérivés de l'isothiazolone ou de l'hexahydrotriazine ; ils inhibent la prolifération bactérienne.

#### Additifs « extrême pression » (EP)

Ce sont des composés chimiques, organo-soufrés, organo-chlorés, organo-phosphorés ou des combinaisons de ces composés.

Ces additifs réagissent sous l'action de la température élevée à l'interface outil-copeau pour former un produit de corrosion de faible résistance au cisaillement qui diminue largement la sévérité des conditions de frottement. Le glissement du copeau peut se faire dans le film ainsi formé et constamment renouvelé.

#### Additifs anti-usure

Ces additifs jouent le même rôle que les additifs « extrême pression » mais dans des conditions d'usinage moins sévères.

#### Additifs d'onctuosité – réducteur de friction

Ce sont des alcools gras, des acides gras ou des esters, qui recouvrent les surfaces métalliques d'un film protecteur minimisant le frottement.

#### Additifs colorant et parfum

Les colorants et les parfums masquent les mauvaises odeurs des additifs (exemple : essence de pin).

#### 2.1.4. Formation des émulsions

La stabilité d'une émulsion est fonction de la nature des agents tensioactifs et des proportions de chacun des composants : huile, eau et tensioactifs.

Rappelons qu'une émulsion est constituée d'un liquide dispersé sous forme de fines gouttelettes (phase dispersée) dans un autre liquide qui constitue la phase continue. Ces deux liquides sont insolubles ou très peu solubles l'un dans l'autre.

Comme Belkacem [Belkacem, 1995] l'a indiqué dans ses travaux, deux liquides purs et non-miscibles ne peuvent former spontanément une émulsion. Pour générer une émulsion suffisamment stable, l'ajout d'un tensioactif s'avère nécessaire ; il diminue les tensions interfaciales entre les phases aqueuse et huileuse. Le mélange de plusieurs tensioactifs permet d'améliorer la formation et la stabilité des émulsions en Figure 4. Dans l'émulsion de l'eau dans l'huile, la partie hydrophobe de la molécule d'émulsifiant se trouve dans la phase dispersante.

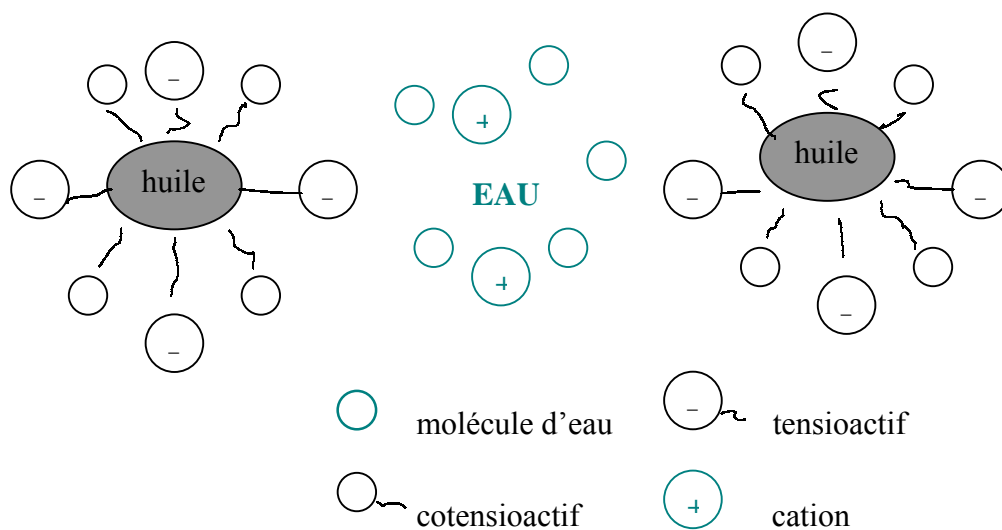


Figure 4 : Émulsion stabilisée par des agents émulseurs [Belkacem, 1995].

#### 2.1.4.1. Diagramme de phases

L'étude des diagrammes d'équilibre des dispersions aqueuses prend une importance de plus en plus grande dans la technologie de préparation des émulsions et de leur utilisation. Ce sont les études de Mac Bain [Mac Bain, 1922] qui ont permis d'apporter à ce jour des précisions intéressantes sur les différentes phases rencontrées dans les diagrammes. Ces études découlent directement de travaux réalisés sur les savons qui lui ont permis d'interpréter les équilibres de phases et d'expliquer certaines propriétés des émulsions. Selon les proportions des divers éléments en présence (émulsifiants, huile et eau), l'aspect des dispersions de type liquide-liquide est très différent, tantôt laiteux, tantôt limpide, tantôt gélifié, ...

Il nous a paru intéressant d'examiner les enchevêtrements moléculaires qui les caractérisent en Figure 5 [Poré, 1976]. La représentation schématique du tensio-actif est une longue chaîne, la partie lipophile ; elle comporte également une forme arrondie, la partie hydrophile.

Dans un système, les phases les plus fréquentes sont décrites : le gel, la phase isotrope huileuse, la phase lisse et la phase médiane.

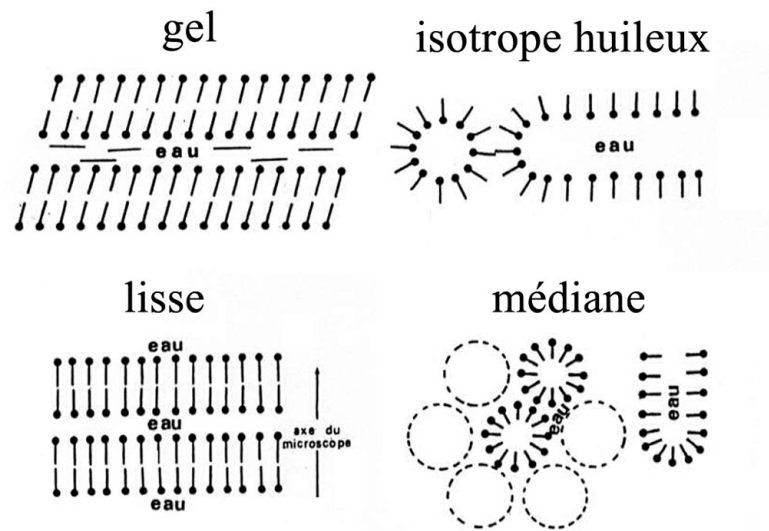
Le **gel** est un milieu homogène isotrope et rigide. Le gel se comporte au choc comme une matière élastique.

La phase **isotrope huileuse** se rencontre dans une zone peu hydratée.

La phase **lisse**, à l'équilibre, correspond à un empilement de feuillets plans équidistants de structure lamellaire.

La phase **médiane** se présente sous une forme plastique collante avec une absence d'élasticité.

Le but est d'avoir des phases homogènes dans la dispersion de type liquide-liquide représentant la phase **isotrope aqueuse** de structure micellaire (forme sphérique ou cylindrique).



**Figure 5 : Différentes phases de l'émulsion [Poré, 1976].**

Le diagramme ternaire en Figure 6 montre des zones à plusieurs phases en fonction des concentrations respectives en composés et une zone homogène (phase isotrope aqueuse) qui intéresse plus particulièrement l'utilisation des fluides de coupe pour l'opération d'usinage.

La Figure 6 schématise [Poré, 1976] des émulsions d'huile de paraffine réalisées à l'aide d'alcool oléique.

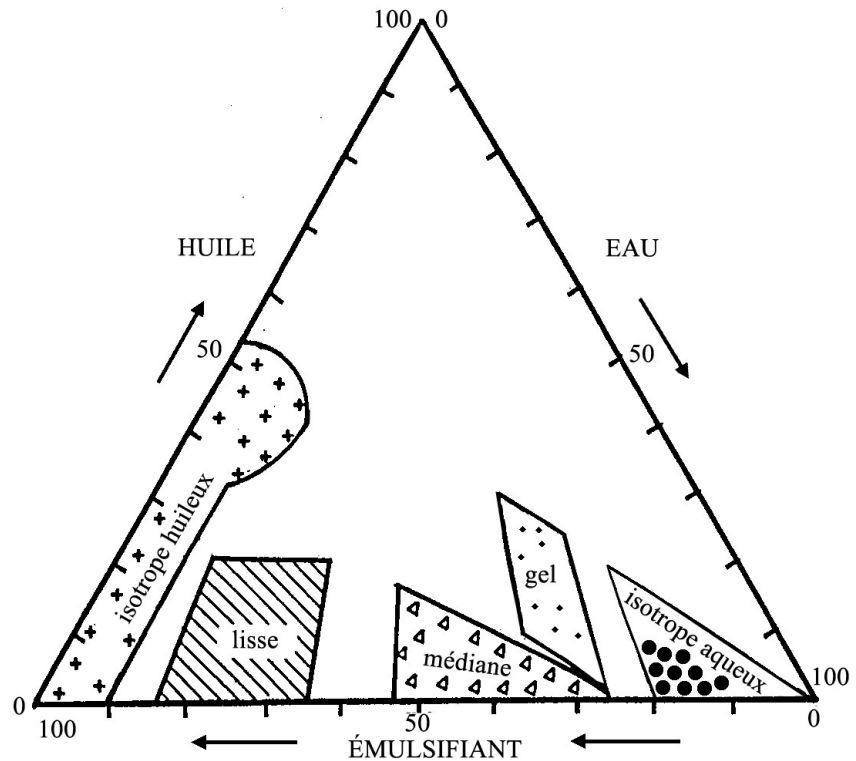


Figure 6 : Diagramme ternaire alcool oléique – huile de paraffine – eau [Poré, 1976].

#### 2.1.4.2. Stabilité des émulsions

La stabilité des émulsions est déterminée par le comportement des gouttelettes d'huile dispersées au sein de la phase continue. Ce comportement de la dispersion est totalement dépendant des facteurs qui conditionnent les interactions entre les gouttelettes.

Comme Lee [Lee, 1984] l'a indiqué dans son étude, les émulsions sont thermodynamiquement instables. L'énergie interfaciale peut être réduite par coalescence de la phase dispersée. Le mécanisme se décompose en deux étapes : floculation (agrégat de gouttelettes) et coalescence (formation de gouttes).

Les auteurs Davies et Rideal [Davies, 1973] ont montré que les facteurs importants pour réduire le mécanisme de coalescence sont les suivants :

##### La différence de densité

Plus la différence de densité entre les deux phases liquides est importante, moins l'émulsion sera stable. Cette propriété est utilisée pour le cassage d'une émulsion par la méthode dite au sel ; la phase aqueuse s'alourdit par la mise en solution du NaCl et l'émulsion est rompue.



#### La nature physique du film interfacial

Les gouttelettes du liquide dispersées dans une émulsion sont en mouvement constant et se heurtent fréquemment. Si le film interfacial entourant les deux gouttelettes se rompt, lors de leurs collisions, elles vont coalescer pour former une goutte. Si ce processus se poursuit, la phase initialement dispersée va se séparer de l'émulsion. La stabilité de l'émulsion est conditionnée par la résistance mécanique du film interfacial lié aux agents tensioactifs, par des forces intermoléculaires d'attraction intenses vis-à-vis des deux phases et par une élasticité élevée.

La combinaison de tensioactifs couramment utilisée est constituée d'un tensioactif soluble dans l'eau et d'un autre soluble dans l'huile.

#### Une barrière électrique et stérique à la surface des gouttelettes dispersées

La présence de la charge sur les gouttelettes de liquide dispersées cause une répulsion électrostatique. La barrière électrique à la surface des gouttes intervient pour diminuer les collisions. La barrière stérique empêche le mécanisme de coalescence entre les gouttes dispersées.

#### La viscosité

Si la phase continue est de forte viscosité, le mouvement de la phase dispersée est une diffusion lente, ce qui minimise la coalescence.

#### La taille de distribution des gouttelettes

Plus la distribution de gouttelettes est uniforme, plus l'émulsion est stable. Le phénomène de croissance des gouttelettes va être favorisé par la présence de gouttes plus grosses.

#### Le volume de la phase dispersée

L'augmentation du volume de la phase dispersée (concentration de la phase huileuse) cause la possibilité de nombreuses collisions et décroît ainsi la stabilité de l'émulsion. Le processus de rupture passe par une inversion de phases : de l'émulsion d'huile dans l'eau en émulsion d'eau dans l'huile avant la séparation de la phase huileuse.

#### La température

L'élévation de température cause des modifications de tension interfaciale, de viscosité, de nature de l'émulsifiant, de tension de vapeur du liquide et d'agitation thermique des molécules. Les émulsions sont sensibles aux variations de température. L'émulsion est stable lorsque la température favorise la solubilité minimum de l'agent émulsifiant.

L'ensemble de ces facteurs assure la stabilité de l'émulsion mais au moins un des facteurs peut être utilisé pour la déstabiliser.

### 2.1.5. Contamination et dégradation des fluides de coupe

La composition très élaborée d'un fluide de coupe met souvent en évidence des propriétés contradictoires, sources de problèmes. Les fluides de coupe comportent des produits azotés, phosphorés, soufrés qui sont associés aux hydrocarbures. La source carbonée est vulnérable à la prolifération bactérienne. L'introduction de biocide retarde ou inhibe la prolifération de micro-organismes au sein du fluide de coupe, mais les conditions d'échauffement et de pollution extérieure favorisent le sens contraire.

Au cours de leur utilisation industrielle, les bains de fluides de coupe aqueux sont contaminés principalement par :

- des particules métalliques et des micro-copeaux issus de l'usinage des métaux, grains et agglomérats des meules de rectifieuses ;
- des huiles entières provenant des fuites des circuits de graissage ou des circuits hydrauliques des machines, dites « huiles étrangères » ;
- des développements bactériens pour lesquels le problème majeur reste la maîtrise dans le temps.

Ce sont en fait ces développements bactériens qui sont souvent responsables :

- de la diminution du pH des bains, par l'attaque des hydrocarbures par certaines espèces de bactéries aérobies dans le mécanisme d'acidogénèse qui donne naissance à des acides gras ;
- de la diminution de la stabilité, par la dégradation des tensioactifs entraînant un changement d'organisation de la structure (tendance à la coalescence) ;
- du dégagement de mauvaises odeurs, les odeurs putrides se développent sous l'action des bactéries aérobies (*Pseudomonas* et *Achromobacter*), tandis que les odeurs d'hydrogène sulfuré sont principalement dues aux bactéries anaérobies (*Sporovibrio desulfuricans*).

Pour limiter le développement des micro-organismes dans les bains de fluides de coupe aqueux, un des moyens utilisé est la maintenance quotidienne. La surveillance des bains se concrétise de façon à réduire les facteurs défavorables. Un ajout de biocide, sous certaines précautions, en vue d'inhiber la croissance des micro-organismes, peut être effectué.

L'opération de maintenance des bains comprend : le pH, la mesure de la concentration d'huile, la réserve d'alcalinité, le contrôle bactérien, l'ajout d'émulsion appauvrie pour compenser les pertes d'eau par évaporation et éviter de déstabiliser le bain.

L'application des moyens de lutte contre la contamination des fluides de coupe atteint ses limites lorsque les propriétés requises ne sont plus conservées. Les bains usés sont alors remplacés par des bains neufs.

Les bains usés sont interdits aux rejets dans le milieu naturel et suivent la réglementation en vigueur des Déchets Industriels Spéciaux (DIS). Ceux-ci doivent être éliminés dans des installations agréées avec émission d'un bordereau de suivi, conformément à la loi N° 75-633 du 15 juillet 1975 relative à l'élimination des déchets [Loi 15 juillet 75, 1975]. Les fluides de coupe sont répertoriés dans le décret N° 97-517 de mai 1997 sous les numéros 12 01 08 s'ils contiennent des halogènes et sous le numéro 12 01 09 s'ils n'en contiennent pas [Décret mai 97, 1997]. Ils sont envoyés en destruction dans des centres d'élimination.

## 2.2. Procédé d'élimination par voie thermique

Le procédé par voie thermique est la filière d'élimination en Évapo-Incineration. Ce type d'installation coûte environ 1,52 M€ à l'investissement, pour une capacité de traitement de 40 000 m<sup>3</sup>/an. Le coût d'élimination, chiffre officiel de l'Agence de l'Eau, est de 114 €/m<sup>3</sup>, environ 150 €/m<sup>3</sup> (transport inclus) pour les effluents huileux [Agence de l'Eau, 2000]. Nous suivrons les étapes de l'Évapo-Incineration ainsi que le parcours de l'effluent.

Il est physiquement impossible d'incinérer un effluent à 98 % d'eau. Cependant, réduire sa teneur en eau pour l'obtention d'un Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) favorable à la combustion est réalisable grâce à la concentration par évaporation.

Les Déchets Industriels Spéciaux (DIS), qui sont d'origine organique, sont incinérés alors que les inorganiques sont plutôt traités par voie physico-chimique. En fonction du Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI), l'incinération se fait avec ou sans apport de combustible extérieur. Parmi les technologies mises en jeu, celle utilisant un four rotatif est la plus répandue. Ces incinérateurs sont couplés à une chambre de post-combustion afin d'obtenir une oxydation complète des gaz de combustion.

Afin d'illustrer le procédé d'élimination par voie thermique, nous présenterons l'un des plus récents complexe de traitement des Déchets Industriels Spéciaux, celui du site de Rognac.

Ce centre spécialisé dans les DIS faiblement halogénés, traite plus particulièrement les résidus liquides, solides ou pâteux. Le procédé d'incinération met en oeuvre un four rotatif qui travaille à haute température et permet de traiter divers déchets :

- liquide à fort PCI pouvant servir de combustible d'appoint ;
- liquide à PCI moyen et injecté à débit constant ;
- solides, boues, mélanges pâteux et autres déchets divers.

Le principe d'un four rotatif est constitué par un cylindre légèrement incliné par rapport à l'horizontale afin de faciliter le contact entre l'air de combustion et le déchet. Le changement de viscosité ou la présence de liquide obligent à avoir recours à la technique des fours tournants : grand cylindre de 3 m à 5 m de diamètre et 10 m à 15 m de long tournant à raison d'un tour toutes les une ou deux minutes. Les températures d'utilisation peuvent varier de 800°C à 1100°C. L'extraction des mâchefers et des cendres se fait de façon gravitaire sous l'effet de la pente.

L'un des avantages du four rotatif est la qualité du brassage assurée par la rotation du four qui provoque un retournement périodique. L'introduction de l'air au travers du lit de déchets permet d'assurer la qualité de la combustion.

Le site de Rognac est équipé d'un procédé d'Évapo-Incineration en Figure 7 qui permet de traiter les eaux résiduaires à très bas PCI comme les effluents de fluides de coupe. Nous allons suivre les points d'injections.

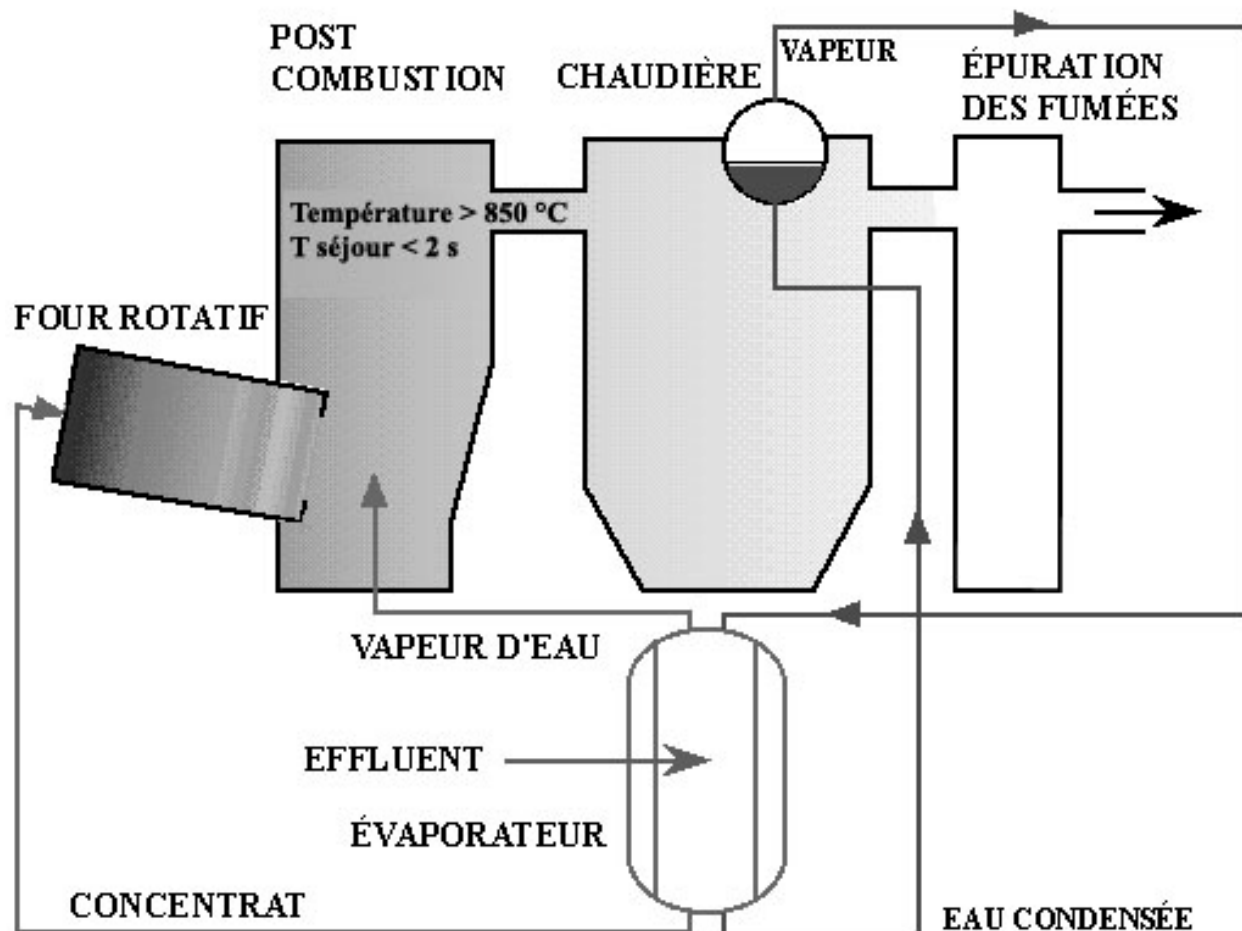


Figure 7 : Schéma de principe de l'Évapo-Incineration.

Les effluents sont introduits et concentrés en composés organiques dans un évaporateur à pression atmosphérique pour accroître leur valeur de PCI. Le système est chauffé par la vapeur de la chaudière.

La fraction de matière organique entraînée par le flux de vapeur est dirigée vers la chambre de post-combustion pour y subir une oxydation thermique supérieure à 850 °C pendant un temps de séjour de 2 secondes (destruction des composés toxiques pour l'environnement).

Le concentrat obtenu (teneur en eau de 40 %) est injecté dans le four pour y être incinéré.

L'épuration des fumées s'opère linéairement en sortie de chaudières : neutralisation, filtre à manches, trempe, réchauffeur (atténue le panache de fumée) et cheminée.

La combustion des déchets produit deux catégories :

- un effluent gazeux à caractère plus ou moins acide, du fait de la présence de gaz acides (HCl, HF) et d'anhydrides d'acides gazeux (SO<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>) ;
- un résidu solide (fraction minérale) à caractère basique du fait de la présence d'oxydes métalliques ; ce sont les mâchefers et les cendres volantes de chaudière.

En résumé

---

Le traitement en Évapo-Incineration sur les effluents huileux permet leur destruction complète ; cette valorisation énergétique des effluents est acceptable du point de vue environnemental. L'évaporateur diminue leur teneur en eau afin d'obtenir un PCI suffisant pour la combustion du concentrat dans le four rotatif. La vapeur d'eau produite est traitée en chambre de post-combustion où les composés toxiques sont éliminés.

Actuellement, c'est la filière de traitement qui est la plus utilisée sur le territoire français. Cependant, la forte teneur en eau des effluents incite à entrevoir la possibilité de réduction de volume sur site afin de générer une économie sur le coût d'élimination de 152,45 €/m<sup>3</sup> pour les entreprises.

---

## 3. MÉTHODOLOGIE

### 3.1. Introduction

L'objectif de la démarche mise au point est d'aboutir à une solution exploitable techniquement et économiquement, notamment dans les PME. Proposer une solution technique disponible à l'ensemble des PME, dans un délai rapide et adapté à leurs besoins, nous oriente vers l'expérimentation des appareils industriels présents sur le marché. Les trois principaux évaporateurs sous vide qui ont retenu notre attention sont la CMV, la PAC et le TPC.

L'utilisation de procédés industriels est attrayante pour effectuer une étude de faisabilité, par contre, les appareils n'offrent parfois qu'un faible degré de liberté en ce qui concerne la variation des paramètres opératoires. En effet, la fabrication de machines vise à minimiser les coûts de série, cela s'effectue dans la majorité des cas, au dépend de la flexibilité. Pour réaliser l'étude scientifique, nous avons apporté des modifications à des appareillages CMV et PAC pour les rendre plus aptes aux diverses expérimentations envisagées par le protocole expérimental. L'étude scientifique permettra de relier les critères étudiés (qualité de la phase aqueuse, efficacité de séparation, performances techniques et économiques) aux valeurs des paramètres de pilotage (paramètres d'évaporation).

Toute évaporation implique un transfert de matière (passage du solvant à l'état vapeur produisant un distillat et un liquide résiduel concentré, appelé résidu) et un transfert de chaleur (évaporation et condensation du solvant, chauffage de l'effluent et refroidissement du liquide concentré et du solvant condensé). Ces deux types de transferts sont évidemment interdépendants.

L'objectif de notre étude est de réduire le volume d'effluent (le résidu) et de tenter de réutiliser ou de rejeter la phase aqueuse (le distillat). Le résidu dans notre projet suivra la filière d'élimination. Notre projet s'inscrivant dans le cadre général d'une recherche appliquée, nous devons, parallèlement aux études techniques, mener une analyse économique afin de montrer si nos résultats sont applicables industriellement.

Ce chapitre sera divisé en sept sections : après avoir justifié nos choix en matière de procédé et défini notre méthodologie, seront explicités les méthodes d'analyses, le déroulement des essais, les différents calculs nécessaires à l'étude, le risque de densité de flux critique et l'approche intégrée.

## 3.2. Justification des choix

Dans cette section, nous allons présenter la justification des choix réalisés pour mener l'étude expérimentale concernant le traitement des effluents liquides à partir des installations industrielles pilotes et de leurs limites d'utilisation.

### 3.2.1. Expérimentation sur une installation industrielle

Le choix d'une installation industrielle pour réaliser l'expérimentation s'est imposé pour les raisons qui suivent.

D'une part, les appareils industriels présents sur le marché permettent l'expérimentation en conditions réelles sur les fluides de coupe représentatifs de l'Industrie Mécanique.

D'autre part, le volume de rejet émis par une PME mécanicienne est relativement faible, ainsi une attention particulière a été portée sur le matériel de petite capacité qui permet de réduire, de façon considérable et à faible coût d'exploitation, les volumes de liquides à traiter tout en autorisant la réutilisation de la phase aqueuse.

Le choix de réaliser l'étude expérimentale et l'analyse économique sur des pilotes industriels offre des arguments tangibles pour inciter les gestionnaires des sociétés mécaniciennes françaises à investir sur une solution technologique propice à résoudre la problématique des fluides de coupe usés et cela dans un délai rapide.

### 3.2.2. Sélection des procédés pilotes

Nous allons présenter les trois pilotes qui ont retenu notre attention et leur domaine de compétence pour répondre à la concentration d'effluent par évaporation. Les techniques utilisées sont des évaporateurs sous vide qui traite environ 1 m<sup>3</sup>/j. Elles se distinguent chacune par un fonctionnement spécifique. Le principe sera abordé en détail dans le chapitre «4. Matériel». Nous présentons la CMV, la PAC et le TPC ; cela correspond à l'ordre d'expérimentation puisque nous avons cherché, au fur et à mesure du projet, à améliorer les conditions techniques et économiques que nous avons à notre disposition. Le choix des diverses techniques d'évaporation testées (CMV, PAC, TPC) est exhaustif pour la source de chaleur amenée à partir de l'alimentation électrique. D'autres évaporateurs peuvent faire appel à des sources de vapeur ; cependant, cette alimentation particulière est rarement disponible au sein des ateliers de l'Industrie Mécanique. C'est la raison pour laquelle notre choix s'est dirigé vers des appareils fonctionnant à l'électrique.

En général, la CMV regroupe à ce jour un grand nombre de réalisations industrielles comme la production d'eau douce à partir de l'eau de mer [Reynaud, 1984], la concentration de liqueurs de l'industrie papetière, la concentration du lactosérum dans



l'industrie agroalimentaire [Gauthier, 1984], la concentration de produits dans l'industrie chimique [Peureux, 1997], ...

L'évaporateur Vacudest 40 à CMV se distingue par un côté peu énergivore. Sa consommation spécifique est de l'ordre de 95 kWh/tee, ce qui donne un coût énergétique faible dans le coût d'exploitation global (environ 1,52 k€ pour 200 m<sup>3</sup>/an).

En général, la PAC est utilisée pour la concentration de produits thermosensibles et la valorisation du soluté dans les industries chimiques [Le Goff, 1981], agroalimentaires,... L'évaporateur E700 à PAC se distingue par sa faible température d'ébullition de 30°C et sa pression de saturation de 58 mbar. La pression de saturation a une influence directe sur le transfert de matière et donc sur le critère d'efficacité de séparation. Ce critère vise l'obtention d'une phase aqueuse conforme au rejet vers une station d'épuration.

En général, le TPC répond aux besoins les plus délicats de chauffage et de traitements thermiques des fluides. Une des applications les plus connues est le réchauffage de fluide hautement visqueux dans les industries chimique et agroalimentaire [Terrien, 99]. À l'heure actuelle, en ce qui concerne l'évapo-concentration, les réalisations portent sur les fluides corrosifs tel que l'acide nitrique. L'intérêt du procédé pour le transfert de chaleur est un matériau conducteur qui supporte le fluide corrosif sans résistance thermique additionnelle. L'étude est développée par EDF, la SNPE et le Greth [Terral, 1998].

Dans notre étude, au sein des laboratoires du Greth, nous développons l'aspect innovateur de pratiquer l'évapo-concentration avec un TPC sur un fluide comme l'émulsion.

L'évaporateur TPC, en particulier, est une technique électrique où la densité de flux est constante en fonction du facteur de concentration (FC), ce qui se traduit par un débit constant de l'installation pour la performance technique. Le TPC utilisé est un pilote de recherche qui ouvre des perspectives sur le marché du traitement d'effluent grâce à sa possibilité de concentrer à débit constant avec un très faible coût d'investissement (24,39 k€). Ce coût est de moitié par rapport à une technique CMV ou PAC.

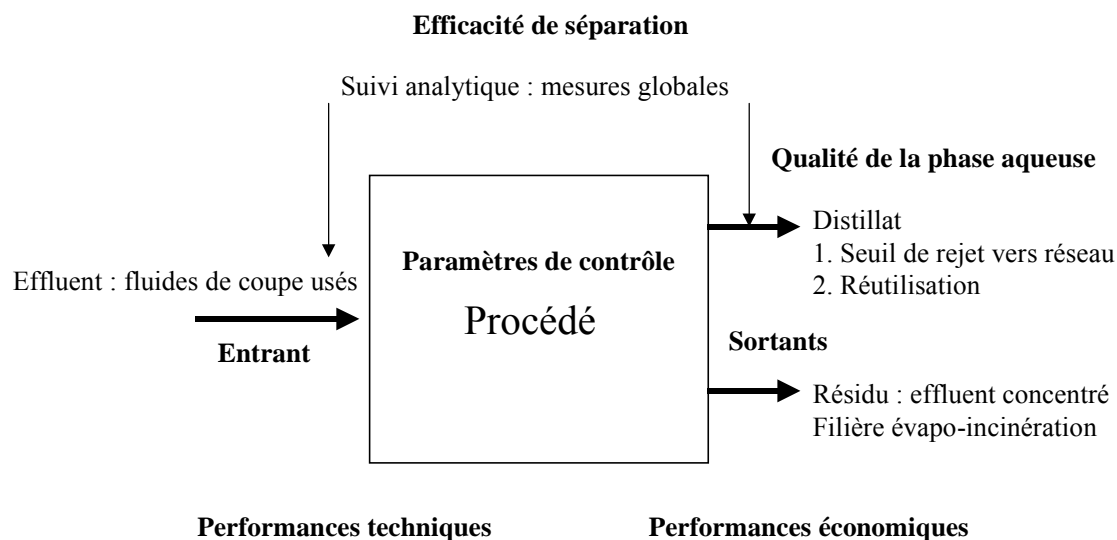
Nous venons de présenter brièvement les trois techniques et le domaine de compétence de chacune d'elles.

### 3.3. Approche par modèle global

L'objectif scientifique de cette étude est d'approcher de façon globale les procédés d'évaporation (CMV, PAC et TPC) sur le traitement des fluides de coupe usés. L'approche par modèle global permet de qualifier et de quantifier les divers paramètres nécessaires à la connaissance du fonctionnement des évaporateurs et de réaliser leur évaluation économique. De plus, les divers coûts monétaires attribués à la performance économique vont servir de bras de levier pour stimuler l'amélioration des procédés existants.

#### 3.3.1. Nouvelle méthodologie

Nous proposons une représentation schématique de la méthodologie en Figure 8.



**Figure 8 : Méthodologie de sélection intégrée.**

La mise en place du modèle global se réalise de manière intégrée pour le procédé d'évaporation sur les trois aspects suivants : transfert de matière, transfert de chaleur et analyse économique. Disons dès maintenant que l'étude simultanée des trois étapes est nouvelle. La présence du procédé d'évaporation se distingue par le flux entrant et les flux sortants. Le flux entrant est l'alimentation en fluides de coupe usés. Les flux sortants sont la phase aqueuse pour laquelle nous sommes intéressés d'obtenir le rejet vers le réseau ou la réutilisation et le résidu pour lequel la valorisation est la filière d'évapo-incinération.

Dans le fonctionnement du procédé, nous ajouterons l'énergie électrique et le fluide de nettoyage. Nous allons effectuer le suivi analytique par des mesures globales de DCO, bactéries, pH, ... afin de déterminer les critères en ce qui concerne la qualité de la phase

aqueuse et l'efficacité de séparation du procédé d'évaporation sur l'émulsion eau/huile. Nous détaillerons les performances techniques du procédé comme la réduction de volume par le facteur de concentration (FC) et la consommation spécifique (rapport de la consommation électrique sur le débit de production). Le but est de trouver les limites du procédé face à ce type d'effluent. Nous utiliserons des méthodes traditionnelles en vue de faire une analyse économique du procédé par le critère de la performance économique. L'objectif du modèle global est de donner une vision intégrée et de relier les critères de jugements aux paramètres du procédé, dans le but d'effectuer la concentration d'effluent par évaporation et de rejeter ou de réutiliser la phase aqueuse.

### 3.3.2. Paramètres de contrôle

Les paramètres de contrôle ou de pilotage du procédé sont les paramètres d'évaporation. Nous allons décrire le lien des paramètres avec le problème.

Les paramètres de fonctionnement sont les suivants [Greth, 1997] [Stephan, 1992]:

- Densité de flux

La densité de flux régit le transfert thermique des procédés d'évaporation et a une influence directe sur le débit de production.

Dans notre étude, nous suivrons l'évolution de la densité de flux propre à chaque technique utilisée en vue de connaître les performances techniques (débit de distillat, réduction de volume, consommation électrique,...) qu'il est possible de réaliser lors de la concentration d'effluent de fluides de coupe.

- Pression de saturation

La pression de saturation influence la tension de vapeur des corps purs, comprenant la distillation de liquides miscibles et non-miscibles. La pression de saturation régit le transfert de matière qui a une influence directe sur l'efficacité de séparation.

Dans notre étude, nous nous intéresserons davantage à la distillation de liquide non-miscible puisque nous traiterons des émulsions eau-huile. Nous calculerons l'efficacité de séparation à partir du transfert de matière entre l'effluent et la phase aqueuse. Nous contrôlerons l'efficacité de séparation sur l'huile afin de savoir si la phase aqueuse est conforme ou non conforme au rejet vers une station d'épuration urbaine.

- Surface d'échange

La surface d'échange joue le rôle de surface de contact thermique entre le fluide caloporteur et l'effluent dans son régime d'ébullition.

Dans notre étude, l'objectif est de conserver une surface propre le plus longtemps possible en vue d'avoir un transfert de chaleur maximal. Il s'agit, de plus, d'avoir un encrassement acceptable qui ne diminue pas trop le transfert thermique directement impliqué dans la production du distillat.

Le chauffage et la concentration d'effluent ont tendance à encrasser la surface d'échange par la formation de tartre et de film gras. La formation de tartre est produite par le calcium contenu dans l'eau du réseau et dans le fluide de coupe. La formation du film gras provient de la dégradation des composés organiques présents dans le fluide de coupe.

Pour éviter l'encrassement, une maintenance régulière et préventive sera mise en place. La maintenance s'effectue de manière chimique par le lavage à l'aide des solutions acide ou basique, et de façon mécanique par le brossage éventuel des surfaces. Le coût de maintenance est à prévoir dès maintenant dans le coût d'exploitation du procédé.

Nous venons de parcourir les paramètres d'évaporation (la densité de flux, la pression de saturation et la surface d'échange) qui influencent le transfert de matière et le transfert de chaleur. De plus, nous avons présenté le lien de chacun avec le problème à traiter.

### **3.3.3. Critères étudiés**

L'approche par les critères permet de qualifier la phase aqueuse en vue de la réutilisation ou de son rejet. Elle permet également de quantifier les trois termes suivants : l'efficacité de séparation de l'émulsion eau-huile, la performance technique et économique de l'évaporateur pilote.

### 3.3.3.1. Qualité de la phase aqueuse

Dans notre étude, nous avons trois objectifs pour la phase aqueuse issue de l'évaporateur :

- rejet de la phase aqueuse vers un réseau collectif d'eau usée. Dans ce cas, il conviendra que sa qualité satisfasse la réglementation en vigueur (en moyenne, DCO = 2000 mg/l [Arrêté 2 février 98, 1998]).
- rejet de la phase aqueuse dans le milieu naturel. Les valeurs réglementaires sont encore plus restrictives (DCO = 125 mg/l [Arrêté 2 février 98, 1998]).
- réutilisation de la phase aqueuse au sein de l'atelier. La seule contrainte serait de satisfaire, non pas les normes de rejets, mais plutôt la formation d'une nouvelle émulsion avec le distillat issu de l'évaporateur. Cependant, le troisième point permettrait une économie de la ressource hydrique.

En pratique pour le milieu industriel, nous désirons en premier satisfaire le rejet vers le réseau collectif et ensuite, réutiliser la phase aqueuse au sein de l'atelier. Avant d'établir et de valider la réutilisation de la phase aqueuse au sein de l'atelier, il nous semble opportun d'être capables d'avoir une issue de secours et d'effectuer le rejet de la phase aqueuse vers une station d'épuration.

Le rejet vers le réseau collectif va dépendre fortement du procédé d'évaporation et du fluide de coupe usé à traiter. Cela nous conduit à apporter une solution technique et/ou une amélioration du procédé en vue d'atteindre cet objectif.

Nous allons suivre en laboratoire, par des tests normalisés, la formation d'une nouvelle émulsion à partir des échantillons de phase aqueuse provenant des évaporateurs. Ces tests normalisés des fournisseurs de lubrifiant pourraient évaluer la stabilité de la nouvelle émulsion générée, le pouvoir moussant, le caractère anti-corrosion en vue de valider la compatibilité de la phase aqueuse à être réutilisée au sein de l'atelier comme ingrédient de base de la nouvelle émulsion.

Nous savons que même si les résultats sont encourageants, l'étape de réutilisation de la phase aqueuse au sein d'un atelier sera un enjeu difficile par rapport à la qualité de production de pièces mécaniques recherchées. Cependant, nous sommes présents pour ouvrir cette possibilité qui s'inscrit dans une action d'accroître la production tout en protégeant l'environnement et ses ressources naturelles.

La qualité de phase aqueuse est caractérisée au travers des valeurs seuils de la norme de rejet de l'Arrêté du 2 février 1998 [Arrêté 2 février 98, 1998] pour définir la conformité ou la non-conformité au rejet vers une station d'épuration. Les valeurs seuils prises en considération dans nos travaux sont les hydrocarbures totaux (HCT), la DCO, et le NTK. Les méthodes analytiques respectives et les matériels utilisés à cet effet seront énoncés dans la section méthodes d'analyses et l'Annexe 2. L'Article 34 de l'Arrêté du 2 février 1998 [Arrêté 2 février 98, 1998] mentionne les valeurs limites de concentration qui sont imposées à la phase aqueuse à la sortie de l'installation avant raccordement à une station d'épuration urbaine. Le Tableau 4 résume les valeurs seuils exigées sur la phase aqueuse pour autoriser le rejet vers le réseau collectif.

**Tableau 4 : Valeurs seuils de l'Arrêté du 2 février.**

<b>Arrêté 2 février 1998</b>	<b>HCT (mg/l)</b>	<b>DCO (mg/l)</b>	<b>NTK (mg/l)</b>
Valeurs seuils	10	2000	150

Les valeurs ne doivent pas dépasser : 10 mg/l pour les hydrocarbures totaux, 2000 mg/l pour la DCO, et 150 mg/l pour le NTK.

De plus, la température des phases aqueuses rejetées doit être inférieure à 30°C et leur pH doit être compris entre 5,5 et 8,5.

L'Article 34 énonce, en particulier que l'arrêté d'autorisation peut prescrire des valeurs limites en concentration supérieure si l'étude d'impact démontre que de telles dispositions sont compatibles au bon fonctionnement de la station d'épuration urbaine et de la protection de l'environnement.

### En résumé

---

Pour valider notre objectif de rejet ou de réutilisation de la phase aqueuse, nous ne tiendrons pas compte de la dernière possibilité énoncée par l'Article 34 [Arrêté 2 février 98, 1998] puisqu'il est basé sur une négociation entre l'entreprise et la station d'épuration urbaine. Nous allons effectuer des mesures globales sur les distillats d'évaporateur comme les hydrocarbures totaux (HCT), la DCO, le NTK, le pH et la température. Les diverses valeurs mesurées vont permettre de constater la conformité ou la non-conformité au rejet vers le réseau collectif.

Il faut noter que la valeur des hydrocarbures totaux (HCT) est faible, de l'ordre de 10 mg/l. Cette valeur risque d'être limitative, surtout dans notre cas d'étude, puisque nous allons traiter des émulsions eau-huile. Par conséquent, la présence d'huile dans la phase aqueuse supérieure à 10 mg/l risque de la rendre non-conforme au rejet. Cependant, pour se conformer au rejet, nous examinerons la possibilité d'améliorer l'efficacité de séparation du procédé.

---

#### 3.3.3.2. Efficacité de séparation

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, nous désirons obtenir une phase aqueuse ou un distillat compatible, soit au rejet, soit à la réutilisation, grâce au procédé d'évaporation sous vide.

Nous nous intéressons à l'efficacité de séparation que permet d'obtenir un évaporateur par le mécanisme de changement de phase. Nous allons décrire les paramètres qui influencent la qualité du distillat sur l'évaporateur. Nous effectuerons le calcul théorique pour chaque procédé. Nous suivrons la mesure expérimentale sur le critère de l'efficacité de séparation obtenue sur une émulsion eau-huile.

Le transfert de matière entre le fluide de coupe à traiter et le distillat obtenu fait intervenir plusieurs mécanismes.

Le premier auquel nous nous sommes intéressés est celui de la distillation de liquide non-miscible qui va nous demander de suivre particulièrement la caractéristique de l'huile contenue dans le fluide de coupe lors de l'alimentation de l'évaporateur. Le second est lié à l'entraînement mécanique de gouttes par le courant de vapeur ascendant au-dessus du liquide en ébullition.

L'ensemble de ces mécanismes réunis explicite le critère basé sur l'efficacité de séparation attendu avec un système d'évaporation à partir d'une émulsion eau-huile. L'objet est de concentrer l'effluent pour réduire le volume afin d'obtenir une phase aqueuse en sortie de l'évaporateur conforme au rejet ou réutilisable au sein de l'atelier.

Nous allons présenter la méthode de calcul et les équations de la distillation de liquide non-miscible (eau-huile) à la sous-section 3.6.1. Dans le cas précis de l'émulsion, nous focaliserons sur les composés eau-huile puisque l'huile intervient sur l'accès à la conformité de la phase aqueuse pour le rejet.

Nous allons vérifier si l'huile contenue dans le fluide de coupe sous forme d'émulsion va avoir tendance à se distiller suivant les conditions d'ébullition présentes pour les divers évaporateurs.

Nous allons présenter le calcul de la vitesse de la vapeur et déterminer si l'entraînement mécanique de gouttes est négligeable sur la qualité de la phase aqueuse à la sous-section 3.6.2. Comme il est difficile et fortement improbable de pouvoir déterminer directement si l'huile est présente par distillation ou par entraînement de gouttes, nous orientons notre étude vers un composé contenu dans le fluide de coupe et qui ne distille pas sous les conditions opératoires des évaporateurs utilisés ; l'élément retenu est le bore. Nous mettrons en relation la vitesse de vapeur calculée et la mesure analytique du bore sur la phase aqueuse pour quantifier la présence ou l'absence d'un entraînement de gouttes. Dans le cas de la présence de bore dans la phase aqueuse, nous établirons un pourcentage et l'appliquerons sur l'huile pour estimer la quantité.

Par conséquent l'addition de ces deux résultats donne le rendement obtenu par le procédé d'évaporation.

#### 3.3.3.3. Performances techniques

Nous allons étudier la faisabilité du traitement qui s'exprime par la performance technique pour chaque technique. En premier, nous établirons la référence à l'eau. Ensuite, nous effectuerons des essais de concentration par évaporation sur les fluides de coupe utilisés. La performance technique de l'évaporateur se caractérise par son débit, son Facteur de Concentration (FC), sa teneur en eau obtenue sur le résidu et sa consommation électrique ; en particulier, nous calculerons sa consommation spécifique. Par exemple, nous suivrons l'influence du facteur de concentration sur l'alimentation en fluide de coupe.



La performance technique est capitale puisqu'elle va déterminer en premier la faisabilité du traitement et en second les valeurs d'entrée du procédé (débit, facteur de concentration, consommation spécifique) participant à l'estimation économique du projet.

Il est possible d'approfondir la performance technique par l'analyse particulière de l'échange thermique. L'analyse de l'échange thermique d'un procédé d'évaporation s'effectue par la méthode numérique du mécanisme de transfert de chaleur. Le calcul du coefficient d'échange thermique  $k$  permet de suivre le comportement des fluides du point de vue de l'échange thermique dans l'évaporateur.

Nous nous sommes intéressés à ce coefficient d'échange thermique  $k$  puisqu'il permet :

- de suivre l'évolution du transfert de chaleur propre au fluide de coupe qui se concentre, grâce à l'étude de la variation de débit sur le transfert de chaleur ;
- de comparer des fluides de coupe traités par rapport à la technique puisqu'il est possible de classer les fluides en fonction de leur valeur de  $k$  ;
- de calculer la résistance au transfert de chaleur par encrassement  $R$ , qui est une fonction inverse de  $k$ .

#### 3.3.3.4. Performances économiques

Nous allons utiliser les méthodes traditionnelles [Thiriez, 1984] [Proth, 1992] pour décrire le domaine de pertinence par le calcul de rentabilité « Valeur Actualisée Nette » (VAN) et de risque « Délai de Retour sur Investissement » (DRI) pour l'investissement d'un procédé d'évaporation dans le contexte particulier de l'Industrie Mécanique.

L'intérêt de l'évaluation économique, est de suivre l'évolution des paramètres (coût d'élimination, volume de déchet,...) en fonction des critères financiers (Valeur Actualisée Nette, Délai de Retour sur Investissement) dans un cadre fixé. L'évolution du contexte de l'entreprise, comme l'augmentation du coût de traitement et la diminution du volume de déchet, permettra sur la base de critères financiers, de délimiter les zones à risques et d'exclure celles qui ne sont pas acceptables.

Nous allons évaluer le domaine de rentabilité économique auquel se rapporte le projet pour les divers procédés CMV, PAC, et TPC. L'étude de la performance économique va décrire l'influence de chacun des paramètres pour permettre à l'industriel de prendre une décision sur sa politique d'investissement concernant le traitement des fluides de coupe usés.

### 3.4. Méthodes d'analyses

Dans ce paragraphe, nous présentons les méthodes utilisées dans la caractérisation du fluide de coupe et des phases aqueuses obtenues après évaporation. Ensuite nous passons en revue les méthodes particulières qui décrivent la complexité de l'analyse des fluides de coupe.

#### 3.4.1. Caractérisation

##### 3.4.1.1. Fluides de coupe et phase aqueuse

Nous allons citer les méthodes utilisées pour caractériser les fluides de coupe et les phases aqueuses.

Les mesures de pH ont été réalisées avec un pH-mètre, de marque WTW, et de type pH 320, les incertitudes sont données par la norme NF T 90-008,  $\pm 0,02$  unité pH, arrondi à 0,05 unité pH [Arrêté, 1996].

La mesure de la DCO par la colorimétrie rapide du matériel Hach (cf. Annexe 2).

La mesure d'alcalinité par la méthode Cetim, basée sur la norme ISO 9963 [ISO 9963, 1996].

La mesure de la teneur en bore s'effectue sur un spectromètre d'émission ICP, selon la norme ISO 11 885 [ISO 11 885, 1996] (cf. Annexe 2).

La méthode de la coupure acide fait référence à la norme IP 137 [IP 137, 1981] pour donner la teneur en huile de l'échantillon.

Le dosage des hydrocarbures totaux est mesuré après extraction de la phase aqueuse par le tétrachlorure de carbone en milieu acide au moyen d'une spectrométrie Infra-Rouge à Transformé de Fourier selon la norme Afnor NFT XP T90-114 [AFNOR NFT XP T90-114, 1997] (cf. Annexe 2).

Les colonies de bactéries de type aérobie sont mesurées par le Microtest A [Microtest A, 1985] (cf. Annexe 2).

L'aspect du fluide est une estimation visuelle.

La méthode d'analyse spectroscopique UV au réactif de Nessler de l'azote de Kjeldahl (NTK) [Rodier, 1984] (cf. Annexe 2).

##### 3.4.1.2. Huiles

Nous allons citer et décrire les méthodes utilisées pour caractériser les huiles, en termes de viscosité cinématique, d'analyse Infra-Rouge à Transformé de Fourier (IRTF).

### Viscosité cinématique

Les mesures de viscosité cinématique sont réalisées suivant la Norme AFNOR NFT 60-100 [AFNOR NFT 60-100, 1994] à l'aide d'un viscosimètre à tube capillaire pour liquides transparents [Viscosimètre capillaire, 1974].

Le tube de type Ubbelohde est placé dans un bain thermostaté à  $40,00 \pm 0,02^\circ\text{C}$  pour la mesure. L'équation du viscosimètre capillaire est donnée par l'Équation 2 :

$$\nu = Ct - B/t$$

**Équation 2 : Viscosimètre capillaire.**

$\nu$  : viscosité cinématique, ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )

$t$  : temps, (s)

Référence du tube B196,  $C = 0,008407$  et  $B = 0$

L'étalonnage est certifié en septembre 97.

Nous effectuons la mesure du temps  $t$  (s) pour l'huile,  $C$  et  $B$  sont des constantes de l'instrument. Le calcul par l'Équation 2 du viscosimètre capillaire donne la viscosité cinématique  $\nu$  ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ) de l'huile.

### IRTF

L'analyse qualitative et quantitative du spectre infrarouge est obtenue grâce à un spectrophotomètre Nicolet, modèle 550, avec une méthode industrielle utilisée par la société Condat. L'analyse qualitative du spectre infrarouge, pour un nombre d'ondes variant de  $3500$  à  $650 \text{ cm}^{-1}$ , va permettre de distinguer la mesure d'absorbance particulière de l'huile. La méthode calcule les pourcentages respectifs en composés carbonés Aromatiques (A), Paraffiniques (P) et Naphténiques (N) contenus dans une huile. L'épaisseur de la cellule utilisée pour l'échantillon d'huile est de  $0,1 \text{ mm}$ . La définition des divers composés est donnée en Figure 9.

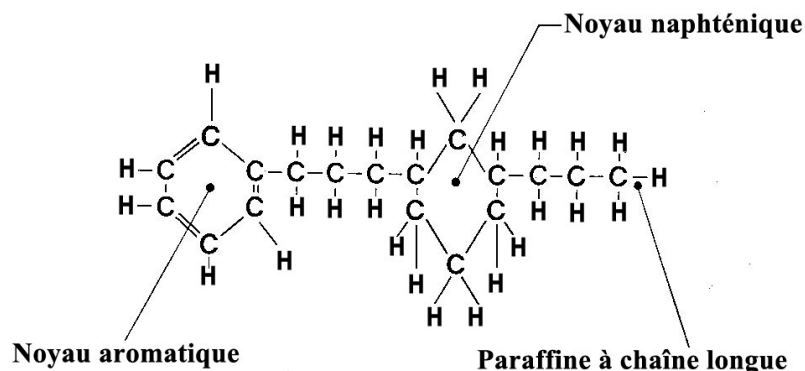


Figure 9 : Molécule d'huile.

La détermination spectrophotométrique de la somme des adsorbances infrarouges de la solution chromatographiée à quatre longueurs d'ondes, correspondant aux vibrations de valence les plus intenses pour les liaisons CH des hydrocarbures aromatiques ( $3290\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CH}_3$  ( $3380\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CH}_2$  ( $3420$  et  $3510\text{ cm}^{-1}$ ) des hydrocarbures aliphatiques.

### 3.4.2. Évaluation de la contamination

Nous allons présenter les méthodes d'analyses utilisées pour caractériser l'effluent. Dans le but particulier de caractériser une émulsion avant d'effectuer un traitement, nous allons passer en revue les critères de suivi d'un fluide lors de son utilisation en service (mesure de la concentration en huile par la méthode de la coupure acide, mesure de la concentration tampon par la réserve d'alcalinité, mesure de la concentration en base par le pH). Ces caractéristiques ont pour objectif d'évaluer l'état de dégradation du fluide de coupe et peut-être certaines d'entre elles offrent la capacité de prédire le facteur de concentration de la technique d'évaporation.

#### 3.4.2.1. Évaluation de la dégradation et de la contamination du fluide par les micro-organismes et l'acidité

La diminution de la valeur du pH, à partir d'une variation de 0,5 unité pH, permet de mettre en évidence un début de dégradation du fluide, par les micro-organismes qui produisent des substances acides. Par l'adjonction d'additif, il est possible de remettre le fluide à pH. Mais lorsque le pH chute au-dessous de 7, il est impossible industriellement de « récupérer » le fluide, c'est alors la séparation de phase, par cassage de l'émulsion.

La présence de micro-organismes est un indicateur de dégradation, le fluide neuf en est exempt, cela est dû à la protection par les biocides présents dans le concentré, tandis que le fluide en service s'ensemence, et la prolifération s'accélère, jusqu'au moment où le fluide est inutilisable (l'acidogénèse produite par les bactéries consomme une base de type amine existant dans les additifs et finit par briser l'émulsion par cassage acide). En pratique, le fluide est vidangé avant qu'il n'y ait cassage afin d'éviter des problèmes liés à l'usinage (usure d'outil, malfaçon des pièces, désagrément au niveau du poste de travail,...). Les bactéries aérobies sont mesurées par une méthode rapide quantitative sur milieu nutritif.

#### Méthode de dosage des bactéries aérobies

La méthode s'appelle Microtest A [Microtest A, 1985] et a été développée par la société France Organochimique, le milieu nutritif (gélose nutritive avec chlorure de tétrazolium) est trempé dans le fluide à traiter, on laisse incuber à 30°C dans une étuve pendant trois jours. Ensuite, on compare par rapport à une gamme étalon qui varie de  $10^3$  à  $10^8$  en nombre de colonies/ml.

#### 3.4.2.2. Évaluation de la contamination par la conductivité

La conductivité traduit la résistance électrique du liquide entre deux électrodes. Les risques d'instabilité de l'émulsion sont dus à une variation de conductivité [Cetim, 1997], qui est liée à la présence :

- de sels de calcium provenant de l'eau du réseau;
- de fines particules métalliques produites lors de l'usinage.

et qui vont favoriser l'instabilité du produit.

L'augmentation de l'élément calcium est due à la concentration des sels de dureté à cause de l'évaporation journalière de l'eau du fluide en service, le fluide est particulièrement sensible lorsqu'on utilise une eau dure pour la préparation d'une émulsion.

#### 3.4.2.3. Les méthodes de mesures de la concentration

Les méthodes sont : la réserve d'alcalinité, le dosage de composé tensio-actif, la coupure acide et la concentration en bore.

#### Méthode de la réserve d'alcalinité

La méthode de la réserve d'alcalinité est une méthode Cetim issue de la norme ISO 9963 [ISO 9963, 1996] de dosage acide-base qui prend en compte la mesure du volume d'acide. Dans un bécher, on ajoute 10 ml de produit et 50 ml d'eau déminéralisée, puis on dose avec une solution d'acide chlorhydrique HCl 0,1 N en suivant le pH à l'aide du pHmètre, une courbe de dosage est ainsi obtenue. La valeur d'acide ajouté à retenir est la valeur du virage base-acide (point équivalent).

La réserve d'alcalinité exprime le pouvoir tampon du fluide, il permet de maintenir un pH voisin de 9, zone de pH moins favorable au développement des micro-organismes. Le pH traduit le degré de basicité du produit dû à une base faible. En pratique, la réserve d'alcalinité est une des méthodes utilisée pour suivre la concentration du pouvoir tampon du fluide en service. Elle permet de comparer le volume d'acide ajouté sur le fluide en service, à celui du fluide neuf et vérifier s'il est nécessaire de faire des ajouts d'additif.

Les émulseurs permettent la stabilité de l'émulsion. On dosera les tensio-actifs anioniques.

#### Méthode de dosage de tensio-actifs anioniques

La méthode de dosage de tensio-actifs anioniques est une méthode confidentielle utilisée par la société Condat. Elle permet la détermination de la concentration d'une émulsion par neutralisation des agents tensio-actifs anioniques. Les tensio-actifs anioniques sont neutralisés par un réactif cationique, solution d'hyamine. La fin de la réaction est appréciée grâce à une réaction colorimétrique. On ajoute un réactif de titration (bleu de bromophénol) à 10 ml d'échantillon jusqu'à l'apparition d'une coloration bleue pâle de la couche de tétrachlorure de carbone. Le volume de la solution coulée est multiplié par un coefficient correcteur qui donne le pourcentage de concentration.

#### Méthode de la coupure acide

La méthode de la coupure acide fait référence à la norme IP 137 [IP 137, 1981]. Le mode opératoire est de mettre 100 ml du fluide dans une fiole Dargatz (précision 0,1 ml) et d'ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique à 20 %, et de laisser reposer à une température de 80°C durant vingt-quatre heures à l'étuve.

Le cassage sur le fluide de type émulsion peut être partiel entre le fluide neuf et usé. La limite entre les deux phases (aqueuse et organique) n'est en général pas distincte. Cette méthode est relativement imprécise mais l'ordre de grandeur sera retenu.

La méthode de la coupure acide permet de séparer l'huile et les émulseurs du concentré, mais aussi le volume d'huile étrangère polluante (huile de glissière, de graissage, hydraulique).

La concentration en élément bore provient des additifs de performance (extrême pression, inhibiteurs de corrosion). De plus, les esters boriques sont des additifs qui confèrent le pouvoir tampon. Le dosage du bore est effectué sur un spectromètre d'émission ICP selon la Norme NF ISO 11 885 [ISO 11 885, 1996].

La surveillance par l'opérateur du fluide en service s'effectue par ajout de concentré successif (formation d'une émulsion enrichie ou appauvrie à partir du concentré), ce qui permet d'éviter une forte variation de pH, de la réserve d'alcalinité, de la concentration en huile pour avoir une valeur moyenne prédéfinie à l'avance.

### **3.5. Protocole expérimental**

#### **3.5.1. Objectif**

L'objectif est d'approfondir la connaissance sur le fonctionnement des évaporateurs ; de façon générale, par la référence à l'eau, puis de façon précise, par les fluides de type micro-émulsion particuliers à l'Industrie Mécanique. Les évaporateurs seront alimentés en fluides usés qui représentent les conditions réelles industrielles. Ensuite, nous alimenterons l'appareil en fluides neufs pour nous informer du comportement et suivre les performances, comme ce dernier est exempt de pollution. De plus, les fluides de coupe neufs, nous offriront la possibilité d'une alimentation à concentration variable dont la visée est d'évaluer le domaine de performance admissible et d'anticiper les résultats sur les fluides usés (facteur de concentration, débit de production, ...).

Le domaine de performance admissible est double ; en premier, il est d'atteindre la réduction de volume par le critère du facteur de concentration et en second, il est d'obtenir une phase aqueuse acceptable, soit au rejet, soit à la réutilisation. En ce qui concerne le premier point, nous chercherons, par exemple, à atteindre le facteur de concentration maximal d'un point de vue technique de chaque procédé, mais aussi à satisfaire la rentabilité économique, afin de découvrir le compromis à réaliser pour les PME face au traitement des fluides de coupe.

Nous présentons la planification d'expérience menée sur chaque procédé.

#### **3.5.2. Les fluides de coupe**

Les fluides de coupe utilisés pour les essais en évaporation sous vide sont des fluides de type micro-émulsion et de type solution représentatifs de l'Industrie Mécanique. La référence se compose par le nom du fournisseur de lubrifiant et le nom du produit.

Les fluides de type micro-émulsion neufs sont au nombre de trois : Elf Emulself G3EAB, Condat Polybio 150, Condat Polybio. Les fluides usés respectifs proviennent des sociétés mécaniciennes suivantes : NFM (Le Creusot), Sapaic (Villefranche), et Martin (Lyon).

Les fluides neufs testés de type solution sont : Motul Biocool 100F et Motul Biocool 140. Les effluents respectifs proviennent de l'entreprise Twl (Saint-Etienne).

#### **3.5.3. Planification expérimentale CMV**

Pour la CMV, nous allons présenter les modifications (d'instrumentation, d'acquisition de données et de procédé) et le plan d'expérience à l'eau mis en place pour obtenir une vision globale du domaine expérimental en réalisant un minimum d'essai. En plus de



conduire des essais sur des fluides biphasiques de type micro-émulsion, nous aborderons également le cas d'un fluide de coupe monophasique de type solution.

#### 3.5.3.1. Modification du procédé

Nous présentons les modifications spécifiques au procédé CMV en vue de se doter de la condition optimale de fonctionnement pour mener notre étude.

Nous rappelons les principaux paramètres d'évaporation qui sont : pression de saturation, surface d'échange et densité de flux [Stephan, 1992]. Compte tenu des modifications apportées, nous faisons varier deux paramètres cités. Le premier paramètre est la surface d'échange par la mise en place d'un nouveau faisceau tubulaire en vue d'améliorer la performance technique et particulièrement d'accroître le débit de production. Le deuxième paramètre est la densité de flux régie par le compresseur dont nous faisons varier la vitesse du moteur. La variation influe sur le débit de vapeur (sans variation de  $\Delta P$  sur le compresseur).

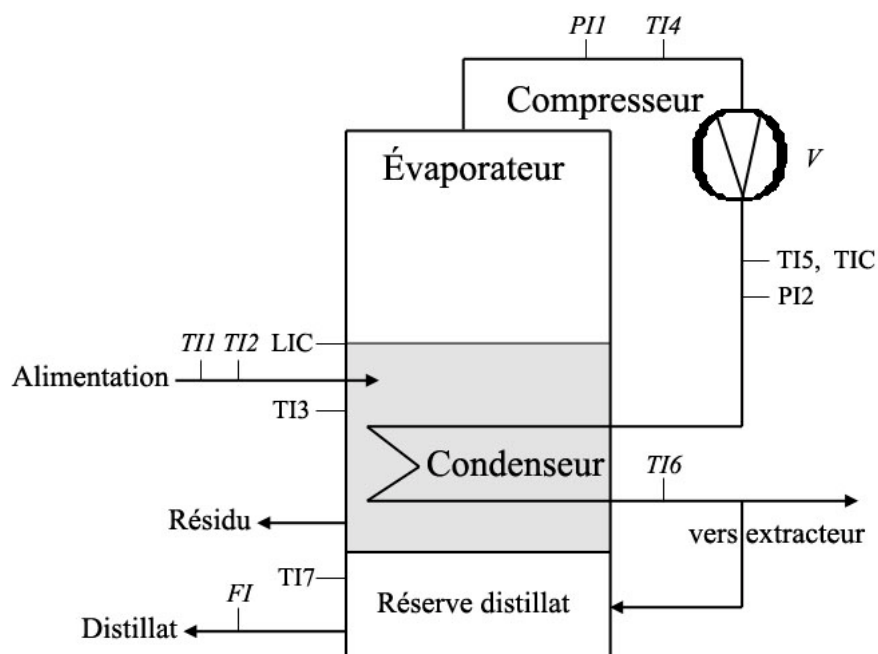
Dans le but de comprendre en détail le comportement du faisceau tubulaire côté condensation (appelé condenseur), nous étudierons l'impact de la température des lobes du compresseur sur les différences de température respectives pour désurchauffer la vapeur et pour refroidir le distillat. De plus, nous avons identifié deux mécanismes particulièrement gênants comme le phénomène de moussage et la formation de gaz incondensables. Le moussage de l'effluent peut engendrer l'arrêt de l'opération. L'accumulation progressive d'incondensables dans le condenseur contribue à freiner le transfert thermique du flux de chaleur. Les composés incondensables doivent provenir du dégazage de l'effluent à traiter et en particulier l'air dissous. Nous déterminerons la quantité d'air produite dans notre essai par les données du Handbook of chemistry de Lange [Lange, 1934] et nous observerons l'évolution du débit de production pour suivre une éventuelle diminution du transfert thermique. Comme l'a fait remarquer Sacadura dans ses travaux [Sacadura, 1978], la quantité d'incondensables nécessaire pour diminuer de moitié l'efficacité de l'échange thermique est de 1 % (en masse).

Ces deux phénomènes restrictifs sur les conditions de fonctionnement nous font agir sur la quantité de liquide chargée dans la cuve d'évaporation et sur l'implantation spécifique d'une extraction des incondensables en sortie du condenseur.

La modification du procédé touche l'installation du nouveau faisceau et l'implantation du système d'extraction.

Les améliorations sur l'appareillage sont les suivantes (cf. Figure 10):

- instrumentations : capteurs de pression DMP 331BD, sondes de température Pt100, débitmètre Danfoss Magflow 2500 DN6 ;
- variateur de vitesse sur le moteur du compresseur BERGES modèle ECP 3604-0 ;
- acquisition informatisée des données ;
- extraction des composés volatils et incondensables à la sortie condenseur.



Légende :  
V : variateur de vitesse  
FI : indicateur de débit  
PI : indicateur de pression  
TI : indicateur de température  
LIC : contrôle de niveau du liquide  
TIC : contrôle de température

Note : les indications en italique représentent les modifications apportées au pilote d'origine.

**Figure 10 : Schéma du pilote d'évaporation sous vide à compression mécanique de vapeur.**

### 3.5.3.2. Plan d'expérience pour l'évaporation d'eau

Dans l'objectif de quantifier les modifications apportées au procédé nous effectuerons les mesures de débit de production et de consommation électrique du procédé d'évaporation pour un fluide de référence comme l'eau. Nous chercherons dans ce cas précis à déterminer la condition optimale en fonction du débit de production le plus élevé et la consommation électrique la plus faible possible.

Les facteurs du procédé CMV tels que la surface d'échange, la vitesse du moteur, la température de lobes, la quantité chargée, et l'extraction d'incondensables peuvent être modifiés sur divers niveaux :

- l'échangeur tubulaire de surface d'échange : 0,7 et 1 m<sup>2</sup> ;
- la vitesse du moteur du compresseur (débit vapeur) : 2000, 3000, 4000 tr/min ;
- la température du compresseur : 120, 140, 160 °C ;
- la quantité d'eau chargée dans la cuve d'évaporation : 26 et 32 kg ;
- l'extraction des incondensables (en sortie de condenseur) : position « fermé » ou « ouvert ».

Il en ressort que le nombre d'expériences à réaliser pour étudier deux facteurs sur trois niveaux et trois facteurs sur deux niveaux correspond à une matrice factorielle complète de  $2^3 \cdot 3^2$ , soit 72 expériences.

Dans le but de réduire le nombre d'expériences à accomplir, il est possible d'une part de procéder à l'essai du nouveau modèle de faisceau tubulaire indépendamment des autres facteurs. En enlevant le facteur « surface d'échange » sur deux niveaux (de 0,7 et 1 m<sup>2</sup>), la matrice factorielle complète devient  $2^3 \cdot 2^2$  (soit 36 expériences pour deux facteurs sur trois niveaux et deux facteurs sur deux niveaux). D'autre part, le plan d'expérience choisi sur le domaine expérimental diminue le nombre d'essais de 36 à 20. La matrice de 20 expériences est construite en sous-ensembles économiques régulièrement répartis pour trouver le fonctionnement optimal [Lprai, 1998].

Nous souhaitons approcher les meilleures performances techniques en débit de production et consommation électrique de l'appareillage sous ces options de réglages prédéfinis par le plan d'expériences au Tableau 5, avec l'eau comme fluide de référence, avant d'aborder des fluides au comportement plus complexe comme les fluides de coupe.

Le plan d'expériences de l'évaporation de l'eau a été établi en collaboration avec le Laboratoire de Méthodologie de Recherche Expérimentale de l'Université Saint-Jérôme d'Aix-Marseille III [Lprai, 1998].

**Tableau 5 : Plan d'expériences.**

Numéro	Vitesse (tr/min)	Température (°C)	Cuve (kg)	Extracteur
P1	2000	120	26	fermé
P3	4000	120	26	fermé
P5	3000	140	26	fermé
P7	2000	160	26	fermé
P9	4000	160	26	fermé
P10	2000	120	32	fermé
P12	4000	120	32	fermé
P15	4000	140	32	fermé
P16	2000	160	32	fermé
P17	3000	160	32	fermé
P19	2000	120	26	ouvert
P21	4000	120	26	ouvert
P24	4000	140	26	ouvert
P25	2000	160	26	ouvert
P26	3000	160	26	ouvert
P28	2000	120	32	ouvert
P30	4000	120	32	ouvert
P32	3000	140	32	ouvert
P34	2000	160	32	ouvert
P36	4000	160	32	ouvert

#### 3.5.3.3. Déroulement des essais

L'expérimentation des fluides de coupe débute par l'étude en détail du fluide usé Condat Polybio 150 et son fluide neuf. Les essais portent sur la variation de concentration des fluides biphasiques de type micro-émulsions Condat Polybio 150 et Elf Emulself G3EAB. Nous terminerons par le fluide monophasique Motul biocool 100 F et son fluide usé issu de la société Twl.

#### 3.5.4. Planification expérimentale PAC

Nous présentons brièvement l'instrumentation du procédé nécessaire pour effectuer le suivi du procédé d'une manière rigoureuse. Ensuite nous énoncerons le déroulement des essais.

##### 3.5.4.1. Instrumentation du procédé

L'instrumentation et l'acquisition informatisée des données mis en place sur l'appareillage PAC ont pour ambition de mesurer les transferts de matière et de chaleur du procédé afin de connaître l'évolution des valeurs de température et de pression, ainsi que les conditions opératoires durant le traitement des fluides de coupe. En particulier, nous effectuerons le relevé de la température du bouilleur, la température de la réserve de distillat, la pression de saturation, la puissance électrique et le débit de production. L'instrumentation installée est décrite dans la sous-section 4.2.4.

##### 3.5.4.2. Déroulement des essais

Nous mesurerons en premier la performance à l'eau. Nous établirons plusieurs régimes permanents sur le procédé pour conduire les essais sur les fluides biphasiques : Condat Polybio 150, Elf Emulself G3EAB neuf et usé. Nous terminerons la série par un fluide monophasique Motul biocool 100 F.

#### 3.5.5. Planification expérimentale TPC

Nous présentons la campagne d'essai, particulière au TPC réalisée sur le fluide biphasique de type micro-émulsion Condat Polybio neuf et son homologue usé issu de la société Martin.

### 3.5.5.1. Déroulement des essais

Le déroulement des essais pour le TPC s'est effectué en quatre étapes en vue de trouver les valeurs des paramètres de densité de flux et de pression de saturation. Il est possible de faire varier la densité de flux appliquée de 160 à 240 kW/m<sup>2</sup> (puissance appliquée de 20 à 30 kW) et la pression de service de 0,2 à 1 bar. La première étape est une information sur les performances précédentes pour l'eau pure. La seconde étape est la procédure de démarrage en eau et anti-mousse. La troisième et la quatrième étape décrivent les conditions opératoires pour la concentration par évaporation du fluide de type micro-émulsion neuf et usé.

#### Essais en eau pure

Ce sont des résultats qui étaient disponibles au GRETh et issus de campagnes de mesures précédentes.

#### Essais de démarrage en eau et anti-mousse

Ces essais sont destinés à démarrer l'installation et atteindre un régime permanent dans de bonnes conditions pour introduire ensuite, et d'une manière progressive, le fluide de coupe à concentrer. Cette procédure permet d'éviter le moussage par un chauffage brutal d'une charge complète de fluide de coupe.

#### Essais de concentration du fluide de coupe neuf de type micro-émulsion (Condat Polybio)

Cet essai est destiné à obtenir une valeur sur un produit neuf et "propre". L'installation fonctionne avec une charge d'eau et d'anti-mousse. Le fluide de coupe est introduit progressivement, en continu (30 l/h), à raison d'une charge de 100 litres à 5 % puis 6 charges de 100 litres à 10 %. La quantité totale introduite est donc équivalente à 1300 litres à 5 %. La charge est ensuite concentrée jusqu'à un facteur de concentration d'environ 10. Les conditions de concentration sont : débit d'alimentation (débit de jus) 400 l/h, pression 0,5 bar absolu, puissance 20 kW. Un échantillon de distillat a été prélevé en début de concentration ainsi que des échantillons de distillat et de résidu en fin de cycle de concentration.

#### Essais de concentration d'un fluide de coupe usé

A partir de la fin de l'essai avec le fluide neuf concentré, le fluide usé est introduit en continu dans l'installation, environ 35 l/h. Le débit peut être ajusté pour maintenir un niveau constant dans le réservoir principal de l'installation. La charge totale introduite est environ 700 litres. L'extraction du distillat est égale à environ 30 l/h en continu et celle de résidu à 3 l/h en discontinu (3 litres toutes les heures). Les conditions de fonctionnement sont : débit d'alimentation 400 l/h, pression 0,5 puis 1 bar absolu, puissance 20 kW.

### 3.6. Méthodes de calcul

#### 3.6.1. Distillation de liquide non-miscible

Comme nous venons de le voir dans le paragraphe 3.3.3.2., le critère d'efficacité de séparation pour l'évaporateur sur l'émulsion eau-huile se définit par la somme de la quantité d'huile obtenue par distillation de liquide non-miscible et par entraînement mécanique de gouttes. Nous allons présenter le calcul théorique de Wuithier sur la distillation de mélange non miscible eau/huile [Wuithier, 1958].

Les liquides totalement non-miscibles sont définis par Wuithier comme un système non-idéal. La non-miscibilité est considérée pratiquement totale lorsque les limites de solubilités  $x_{\text{huile}}$  et  $x_{\text{eau}}$  sont voisines respectivement de 0 et 1. Le fait que l'activité des deux constituants soit égale à 1, dans le mélange, chaque constituant se comporte comme s'il était seul et que les propriétés partielles étaient identiques à ses propriétés thermodynamiques à l'état pur.

La tension de vapeur d'un tel mélange est égale à la somme des tensions de vapeur des corps purs. Elle est indépendante de la composition et dépend de la température (Équation 3).

$$P^{\circ} = P_{\text{huile}}^{\circ} + P_{\text{eau}}^{\circ}$$

**Équation 3 : Tension de vapeur du mélange non-miscible.**

Si le mélange est sous une pression  $P$  égale à la tension de vapeur, le mélange va se mettre à bouillir et donner une vapeur qui contient le mélange des deux constituants dans des proportions molaires égales aux rapports des tensions de vapeur.

$$Py_{\text{huile}} = P_{\text{huile}}^{\circ}$$

$$Py_{\text{eau}} = P_{\text{eau}}^{\circ}$$

$$\frac{y_{\text{huile}}}{y_{\text{eau}}} = \frac{P_{\text{huile}}^{\circ}}{P_{\text{eau}}^{\circ}}$$

Avec :

$y$  : fraction vapeur

$P^{\circ}$  : tension de vapeur

$P$  : pression de saturation

La composition vapeur molaire est égale au rapport de la masse par la masse molaire.

L'Équation 4 présente le transfert de matière du mélange non-miscible eau-huile.

$$\frac{m_{\text{huile}}}{m_{\text{eau}}} = \frac{P_{\text{huile}}^{\circ} M_{\text{huile}}}{P_{\text{eau}}^{\circ} M_{\text{eau}}}$$

**Équation 4 : Transfert de matière du mélange non-miscible [Wuithier, 1958].**

### 3.6.2. Vitesse de la vapeur

Nous présentons l'entraînement mécanique de gouttes qui intervient dans le procédé au niveau de l'efficacité de séparation. Cet entraînement physique est fonction de la vitesse de vapeur. Nous détaillons l'ensemble de ce calcul et nous examinerons les sections de passage des divers évaporateurs.

#### 3.6.2.1. Débit volumique de vapeur

L'objectif est de savoir si les débits volumiques de vapeur, engendrés par l'évaporation de l'eau, participent à l'entraînement mécanique de gouttes de liquide et risquent par conséquent, d'entraîner de l'huile dans le distillat. Cet arrachement mécanique de gouttes de liquide s'effectue lors de la production de la vapeur.

A partir du débit volumique  $Q_{\text{volumique}}$  ( $\text{m}^3/\text{s}$ ), nous pourrions connaître la vitesse de la vapeur  $u$  ( $\text{m/s}$ ) dans l'enceinte d'évaporation. Nous calculerons ainsi cette vitesse en fonction de la section de passage  $S$  ( $\text{m}^2$ ) selon l'Équation 5 [Cengel, 1998].

$$Q_{\text{volumique}} = u \cdot S$$

**Équation 5 : Débit volumique en fonction de la vitesse [Cengel, 1998].**

$Q_{\text{volumique}}$  : débit volumique ( $\text{m}^3/\text{s}$ )  
 $u$  : vitesse de la vapeur ( $\text{m/s}$ )  
 $S$  : section de passage ( $\text{m}^2$ )



En vue de calculer le débit volumique de vapeur du pilote d'évaporation, nous utilisons la loi des Gaz Parfaits selon l'Équation 6, en divisant les membres par l'unité de temps nous disposerons des débits volumique et massique.

$$P V = n R T$$

**Équation 6 : Loi des Gaz Parfaits.**

$P$  : pression de saturation, (Pa)

$V$  : Volume, (m<sup>3</sup>)

$n$  : nombre de mole

$R$  : Constante des Gaz Parfaits

$T$  : température, (K)

Pour le nombre de mole divisé par l'unité de temps, nous introduisons le débit massique de vapeur divisé par la masse molaire de l'eau  $M$ . L'Équation 6 devient donc :

$$Q_{\text{volumique}} = \frac{nRT}{P} = \frac{\dot{Q}}{M} \frac{RT}{P}$$

$Q_{\text{volumique}}$  : débit volumique de vapeur, (m<sup>3</sup>/h)

$\dot{Q}$  : débit massique de vapeur, (kg/h)

$M$  : masse molaire de l'eau, (kg/mol)

### 3.6.2.2. Section de passage

Nous présentons la section de passage de chacun des évaporateurs. La section de passage dans l'enceinte d'évaporation permet de calculer la vitesse de la vapeur selon l'Équation 5.

La coupe orthogonale au flux gazeux pour le procédé CMV est rectangulaire. Elle mesure 100 mm de large sur 200 mm de long, la section de passage est égale à 0,02 m<sup>2</sup>.

La coupe orthogonale au flux gazeux pour le procédé PAC est circulaire de diamètre 500 mm. La section de passage est de 0,2 m<sup>2</sup>.

A la sortie du procédé TPC, un cyclone est disposé pour séparer la vapeur produite du jus non-éaporé. Ces appareils doivent satisfaire des critères de vitesse pour fonctionner correctement.

Le principe du cyclone est de substituer une accélération centrifuge à l'accélération de la pesanteur. La vapeur est introduite tangentielle au sommet du cyclone dans la zone annulaire (constituée par la paroi extérieure et la tuyauterie d'évacuation de la vapeur) et prend un mouvement hélicoïdal vers le bas au cours duquel les gouttelettes de liquide sont centrifugées vers la paroi et évacuées par l'orifice inférieur. La vapeur épurée à la base du cyclone remonte dans la partie centrale avec un mouvement hélicoïdal concentrique au premier, puis est évacuée par la cheminée supérieure (Figure 11). La vitesse maximum conseillée à l'entrée est d'environ 14 m/s [Gardner, 1977]. L'efficacité de séparation gaz-liquide est donnée par la relation sur le diamètre de captation des gouttelettes en fonction de la vitesse d'entrée [Gardner, 1977]. Nous ne rentrerons pas dans le détail des calculs.

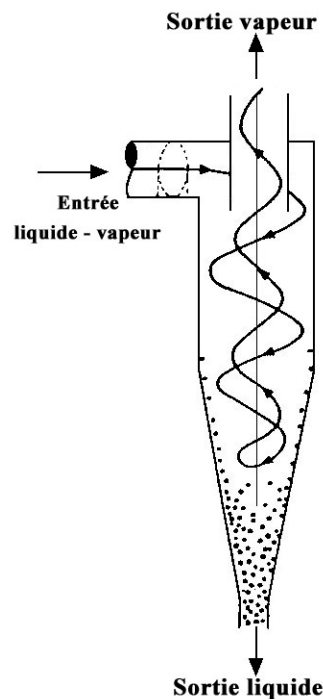


Figure 11 : Cyclone.

Dans notre cas, la tuyauterie d'entrée du cyclone mesure 60 mm de diamètre et la section de passage est égale à  $0,0028 \text{ m}^2$ .

### 3.6.3. Coefficient d'échange thermique global $k$

Le but d'établir un coefficient d'échange thermique global  $k$ , c'est d'offrir la possibilité d'analyser le comportement des fluides de coupe du point de vue de l'échange thermique pour chaque procédé. Étant donné que chaque procédé d'évaporation employé possède une technique spécifique tels que : Compression Mécanique de Vapeur (CMV), Pompe À Chaleur (PAC), Tube à Passage de Courant (TPC) ; nous allons détailler les équations particulières de transfert de chaleur, les paramètres et les données nécessaires pour effectuer le calcul de  $k$ . De plus, nous donnerons les tendances du système lorsque le facteur de concentration augmente pour chaque procédé. Nous présentons à partir de  $k$  le calcul de la résistance d'encrassement  $R$  qui participe à l'amenuisement du transfert de chaleur. Nous verrons par la suite que cette résistance entraîne une opération de maintenance et inclut un coût supplémentaire de fonctionnement sur les évaporateurs.

#### 3.6.3.1. Calcul de $k$ pour la CMV

Le mécanisme d'ébullition présent dans le procédé CMV est de type nucléée en piscine. La formation de vapeur s'effectue par le phénomène de nucléation ; c'est la création de bulles initiées sur des aspérités de paroi de l'ensemble du faisceau tubulaire. Le terme piscine indique que le faisceau tubulaire est noyé, entièrement recouvert de liquide.

En vue d'obtenir  $k$ , par les étapes de transfert, il est nécessaire de réaliser des mesures sur le procédé et d'acquérir des données de la bibliographie du domaine.

Les mesures sur le procédé sont : le débit massique de distillat  $Q$ , la température de préchauffe, la température d'ébullition (ou pression de saturation), la température de condensation.

Les données nécessaires concernent le faisceau tubulaire vertical en acier inoxydable (surface d'échange, épaisseur, conductibilité thermique, périmètre mouillé,...) ainsi que les valeurs des propriétés telles que la viscosité du liquide  $\mu_l$ , la conductivité thermique du liquide  $k_l$ , les masses volumiques de la vapeur  $\rho_v$  et du liquide  $\rho_l$ , la chaleur latente de vaporisation ou de condensation de l'eau [Cengel, 1998].

Nous nous intéresserons principalement au bilan énergétique, au niveau de l'échangeur, qui est décrit par le transfert du flux de chaleur de la condensation à l'évaporation. Le coefficient d'échange global  $k$  se calcule à partir de relations de transfert de chaleur.

Le coefficient d'échange global  $k$  est fonction de divers coefficients liés aux étapes de transfert représentées sur la Figure 12.

Les étapes énergétiques sont :

- la condensation (coefficient  $H_c$  équation de Kutateladze, 1963) ;
- la conduction à travers la surface d'échange  $\lambda$  ;
- l'évaporation (coefficient  $H_e$  équation de Fritz, 1960).

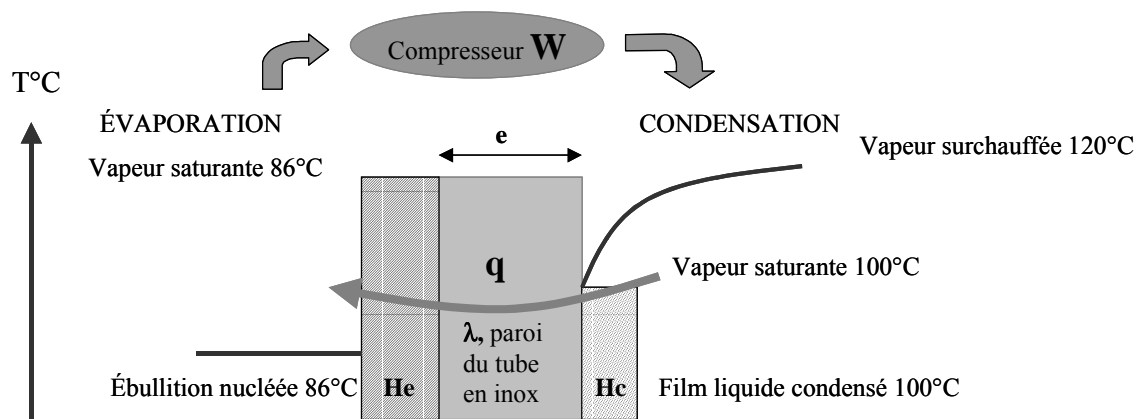


Figure 12 : Transfert de chaleur en CMV.

La densité de flux thermique  $q$  [Cengel, 1998] se propage du point le plus chaud vers le plus froid (du film liquide condensé à 100°C vers l'ébullition nucléée à 86°C).

Nous souhaitons connaître  $k$  qui est donné par l'Équation 11. Pour calculer  $k$  il faut passer par les étapes énergétiques de l'Équation 7 à l'Équation 12 (vide infra). Le calcul de la densité de flux thermique  $q$  est obtenu à partir du flux de chaleur de  $q'$  en Équation 10 qui décrit le bilan thermique du système CMV.

Le flux de chaleur est fourni par le produit du débit massique d'eau condensée (débit de distillat) avec la chaleur latente de condensation à 100°C.

La condensation de la vapeur s'effectue dans le faisceau tubulaire vertical, en paroi extérieure du tube, sur la hauteur de 200 mm. L'équation empirique de Kutateladze (1963) [Cengel, 1998] permet de calculer le coefficient de condensation ( $H_c$ ) selon l'Équation 8.

A travers la surface d'échange du faisceau tubulaire, s'effectue le mécanisme de conduction thermique du flux de chaleur, fonction de l'épaisseur du matériau [Cengel, 1998].

Au niveau de la paroi, côté évaporation (intérieur des tubes), le mécanisme d'évaporation nucléée de l'eau se produit. L'équation empirique de Fritz (1960) [Stephan, 1992] donne la valeur du coefficient de convection à l'évaporation ( $h_e$ ) en fonction de la pression de saturation et de la densité de flux de chaleur (flux de chaleur ramené à la surface d'échange) selon l'Équation 9.

Kutateladze présente la condensation de la vapeur en film vertical à pression atmosphérique, l'équation exprime le coefficient de condensation  $h_c$  en fonction du nombre de Reynolds ( $Re$ ) pour un régime d'écoulement laminaire (valeur du nombre de Reynolds faible).

Le nombre de Reynolds est défini dans l'Équation 7.

$$Re = 4 \cdot Q / (P \cdot \mu_l)$$

**Équation 7 :  $Re$ .**

$Q$  : débit massique, (kg/h)

$P$  : le périmètre mouillé par la condensation, (m)

$\mu_l$  : la viscosité du liquide, (kg/m.s) ;  $\mu_l = 0,000282$  kg/m.s à 100°C

Le périmètre mouillé est la somme de toutes les surfaces d'échange où s'effectuent la condensation, c'est à dire les 58 tubes verticaux, plus les trois surfaces planes verticales. Le périmètre mouillé total est égal à 5,6 m pour le faisceau tubulaire vertical utilisé.

L'Équation 7 donne une valeur de  $Re$  pour un débit massique  $Q$  en kg/h.

Les conditions de validités pour calculer le  $h_c$  sont :  $0 < Re < 30$  et  $\rho_v \ll \rho_l$

Kutateladze a développé :

$$Hc = 1,47 \cdot k_l \cdot Re^{-1/3} (g/v_l^2)^{1/3}$$

**Équation 8 : Hc coefficient de condensation.**

$k_l$  : la conductivité thermique du liquide, (W/m.°C)

$\rho_v, \rho_l$  : masse volumique respective de la vapeur et du liquide, (kg/m<sup>3</sup>)

$g$  : accélération de la pesanteur = 9,81 m/s<sup>2</sup>

$$v_l = \mu_l / \rho_l$$

Fritz a développé une équation empirique sur l'ébullition à nucléation :

$$He = 1,95 \cdot q^{0,72} p^{0,24}$$

**Équation 9 : He coefficient évaporation.**

Les conditions limites pour calculer He sont :

$$0,5 < p < 20 \text{ bars et } 10^4 < q < 10^6 \text{ W/m}^2$$

Nous allons décrire les conditions opératoires du Vacudest pour l'eau : le débit massique  $Q$  de distillat et le flux de chaleur  $q'$ .

Dans le bilan massique du système, le débit d'évaporation est égal au débit de condensation.

Le flux  $q'$  représente la quantité de chaleur apportée au débit liquide pour l'amener à ébullition en Équation 10, prenant en compte que le liquide est préchauffé à  $T_{\text{préchauffage}}$  par l'intermédiaire de l'échangeur à tube coaxial et la chaleur latente de vaporisation du liquide ( $L_v$  à la pression de saturation  $p = 0,6 \text{ bar}$ ).

$$q' = Q \cdot C_p \cdot (T_{\text{ébullition}} - T_{\text{préchauffage}}) + Q \cdot L_{v(p)}$$

**Équation 10 : Flux de chaleur  $q'$ .**

$q'$  : quantité de chaleur apportée au débit liquide, (W)

$Q$  : débit massique de distillat, (kg/s)

$C_p$  : chaleur spécifique de l'eau, (J/kg.°C)

$T_{\text{ébullition}}, T_{\text{préchauffage}}$  : température d'ébullition et de préchauffage, (°C)

$L_{v(p)}$  : chaleur latente de vaporisation à la pression de saturation  $p$ , (J/kg)

Données sur le faisceau tubulaire vertical en acier inoxydable :

Surface d'échange  $S = 1 \text{ m}^2$

Épaisseur  $e = 1,5 \text{ mm}$

Conductibilité thermique  $\lambda = 15 \text{ W/m}$

La valeur du flux chaleur  $q'$  ramenée par unité de surface est la densité de flux thermique  $q$  en  $\text{W/m}^2$ . Le coefficient d'évaporation  $He$  est fonction de la densité de flux  $q$ , et de la pression de saturation  $p$ .

Le coefficient global d'échange  $k$  est défini selon la Figure 12 comme la somme de résistances thermiques (Équation 11).

$$k = (1/Hc + e/\lambda + 1/He)^{-1}$$

**Équation 11 :  $k$ .**

D'après la densité de flux thermique  $q$  qui traverse la paroi de l'échangeur en Figure 12, le flux de chaleur  $q'$  s'exprime de deux façons selon l'Équation 12, ce qui permet de déduire le coefficient global d'échange  $k$ . L'équation tient compte de la chaleur latente et néglige la chaleur sensible apportée par le chauffage à ébullition.

$$q' = Q_{Lv} = k S \Delta T$$

**Équation 12 : Flux de chaleur  $q'$  en fonction de  $k$ .**

$\Delta T$  : écart de température entre la condensation et l'évaporation, ( $^{\circ}\text{C}$ )

D'après  $q' = k S \Delta T$  on déduit  $k$

Le fonctionnement du procédé CMV traduit par l'équation du flux de chaleur montre que pour l'étape de concentration, lorsque le facteur de concentration augmente, les termes de l'échange thermique (flux de chaleur  $q'$ , débit  $Q$ , coefficient  $k$ ) vont diminuer puisque l'accumulation des composés constituant les fluides de coupe va sûrement rendre l'évaporation de l'eau plus difficile. Le flux de chaleur dépend des conditions de transfert.

En résumé, deux paramètres sont à suivre au niveau du transfert de chaleur : la température d'ébullition ( $T_{\text{ébullition}}$ ) et le coefficient d'échange thermique global  $k$ .

### 3.6.3.2. Calcul de $k$ pour la PAC

Dans ce paragraphe, nous présentons une brève explication de l'évaporation « flash » (cf. Figure 24). Nous introduisons la température de surchauffe présente dans le mécanisme du « flash », cette dernière complète l'équation du flux de chaleur apporté par le fréon afin de déduire la valeur de  $k$  du côté source chaude.

Pour le procédé PAC, l'évaporation de l'eau se réalise sous forme d'un « flash ». Le liquide se transforme brutalement en vapeur. C'est la raison pour laquelle il est nécessaire de surchauffer le liquide à une température supérieure à sa température d'ébullition pour qu'il atteigne son auto-vaporisation dans la chambre d'évaporation. Cette opération de transfert de chaleur s'effectue dans le faisceau multitubulaire E01 (source chaude) lors de la condensation du fréon.

L'Équation 13 de l'évaporation flash est la suivante, c'est la quantité de chaleur amenée au liquide pour vaporiser le débit de distillat  $Q$  produit.

Pour effectuer le calcul de l'évaporation « flash », les mesures nécessaires sur le procédé sont : le débit massique de distillat  $Q$ , la température d'ébullition  $T_{\text{ébullition}}$ , la pression de saturation en vue de déduire la valeur de la chaleur latente de vaporisation de l'eau donnée par la table sur les propriétés de l'eau saturée. La chaleur spécifique est aussi donnée par la table sur les propriétés de l'eau. Le débit de circulation  $Q_{\text{circulation}}$  est estimé par la caractéristique de la pompe G02 donnée par le constructeur.

$$Q_{\text{circulation}} \cdot C_p \cdot (T_{\text{surchauffe}} - T_{\text{ébullition}}) = Q \cdot L_v = \phi$$

**Équation 13 : Évaporation flash [Cengel, 1998].**

$Q_{\text{circulation}}$ :	débit de circulation en boucle sur la chambre d'évaporation, (kg/s)
$C_p$ :	chaleur spécifique de l'eau, (J/kg.°C)
$T_{\text{surchauffe}}, T_{\text{ébullition}}$ :	température de surchauffe et d'ébullition, (°C)
$Q$ :	débit massique de distillat, (kg/s)
$L_v$ :	chaleur latente de vaporisation, (J/kg)
$\phi$ :	flux de chaleur de la source chaude, (W)

L'inconnu de l'équation flash, c'est la température de surchauffe ( $T_{\text{surchauffe}}$ ) du liquide. Nous effectuerons une mesure de température sur le liquide à la sortie du faisceau multitubulaire E01 pour valider le résultat de calcul de la température de surchauffe.



Le coefficient d'échange thermique global **k** se déduit de l'Équation 14 du flux de chaleur amené par le fréon lors de la condensation. L'introduction de la valeur de la température de surchauffe dans le  $\Delta T$  permet de calculer **k** du côté source chaude.

Pour effectuer le calcul de **k** côté source chaude, les mesures sur le procédé sont : la température et la pression au refoulement du compresseur de fréon. Cependant, la vapeur du fréon mesurée au refoulement du compresseur est surchauffée. Le mécanisme de condensation présente un état de vapeur saturante en équilibre avec la pression de saturation. La valeur de la température de saturation sera déduite du cycle thermodynamique du fréon (cf. Figure 25) à partir de la mesure de la pression au refoulement. La surface d'échange du multitubulaire est donnée par le constructeur de l'appareillage. Nous confirmons cette valeur par le calcul de surface des tubes.

$$\phi = k S \Delta T$$

**Équation 14 : k du côté source chaude [Cengel, 1998].**

$\phi$  : flux de chaleur de la source chaude, (W)

$S$  : surface d'échange du multitubulaire, (m<sup>2</sup>)

$\Delta T$  : différence de température entre température de saturation côté fréon et température de surchauffe côté liquide, (°C)

**k** : coefficient d'échange thermique global, (W/m<sup>2</sup>.°C)

Le fonctionnement du procédé PAC est traduit par l'équation du flux de chaleur (côté source chaude). Elle montre que lorsque le facteur de concentration augmente les termes de l'échange thermique (flux de chaleur  $\phi$  ; débit **Q** ; coefficient **k**) vont diminuer. L'accumulation des composés rend l'évaporation de l'eau plus difficile. Le flux de chaleur dépend des conditions de transfert.

En résumé, le transfert de chaleur de la PAC nous conduit à identifier deux paramètres : la température de surchauffe ( $T_{\text{surchauffe}}$ ) du liquide et le coefficient d'échange thermique global **k**.

### 3.6.3.3. Calcul de $k$ pour le TPC

Dans ce paragraphe, pour le procédé TPC, nous présentons l'équation de l'évaporation à ébullition nucléée. La connaissance des températures de paroi externe, de la puissance thermique dissipée et de la température du fluide permet de calculer la température de paroi interne ( $T_{pi}$ ) et le coefficient d'échange thermique global  $k$ .

#### Ébullition nucléée

Le débit massique de distillat sur le TPC est obtenu à l'Équation 15 grâce à la puissance électrique divisée par la chaleur latente de vaporisation. L'évaporation de l'eau dans le tube se produit par le phénomène d'ébullition nucléée à convection forcée (cf. Figure 20).

$$W_{elec} = Q L_v$$

**Équation 15 : Évaporation à ébullition nucléée sur le TPC [Terral, 1998].**

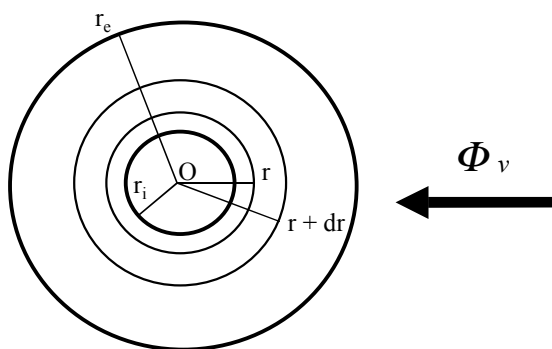
$W_{elec}$  : puissance thermique, (W)

$L_v$  : chaleur latente de vaporisation de l'eau, (J/kg)

$Q$  : débit massique de distillat, (kg/s)

#### Température de paroi interne du tube

La puissance thermique volumique est appliquée  $\phi_v$  sur une tranche de tube d'épaisseur  $dr$  et de hauteur  $H$ . La Figure 13 présente la puissance thermique appliquée à la section du tube (la hauteur  $H$  n'est pas représentée). Nous prenons la solution mathématique du profil de température dans l'épaisseur du tube ( $T_r$ ), donnée par l'Équation 16, en vue de déterminer la température de paroi interne du tube ( $T_{pi}$ ).



**Figure 13 : Tranche du tube d'épaisseur  $dr$ .**

$$T_r = \frac{\phi_v}{4\lambda} \cdot (r_i^2 - r^2) + \frac{\phi_v \cdot r_e^2}{2\lambda} \ln\left(\frac{r}{r_i}\right) + T_{pi}$$

**Équation 16 : Profil de température dans l'épaisseur du tube [Terral, 1997].**

Avec :

$T_r$  : température à la cote  $r$  (°C)

$\phi_v$  : puissance thermique volumique appliquée (W/m<sup>3</sup>)

$\lambda$  : conductibilité thermique du tube (14,8 W/m.°C)

$r_i$  : rayon intérieur du tube (m)

$r$  : cote sur le rayon du tube (m)

$r_e$  : rayon extérieur du tube (m)

$T_{pi}$  : température de paroi intérieure (°C)

A l'aide du calcul de la température de la paroi interne  $T_{pi}$  pour une puissance thermique fixée, nous allons pouvoir déduire de l'équation de transfert de chaleur, la valeur du coefficient d'échange thermique global **k**.

Coefficients d'échange thermique global

L'Équation 17 de transfert de chaleur sur le TPC est :

$$W_{th} = k \cdot S \cdot (T_{pi} - T_f)$$

**Équation 17 : Transfert de chaleur sur le tube [Terral, 1998].**

La relation donne la valeur de **k** :

$$k = \frac{W_{th}}{S \cdot (T_{pi} - T_f)}$$

Avec :

**k** : coefficient d'échange thermique, (W/m<sup>2</sup>.°C)

$W_{th}$  : puissance thermique, (W)

$S$  : surface d'échange interne du tube, (m<sup>2</sup>)

$T_{pi}$  : température de paroi intérieure, (°C)

$T_f$  : température du fluide, (°C)

Le fonctionnement du procédé TPC traduit par l'équation du flux de chaleur sur le tube montre que pour l'étape de concentration, lorsque le facteur de concentration augmente, l'échange thermique est à flux imposé, ce qui maintient un débit constant. Cependant sous l'effet de la concentration, la température de paroi interne augmente et le coefficient  $k$  diminue sous l'évolution des propriétés physiques du fluide.

En résumé, le transfert de chaleur du TPC, nous engage à prendre en compte deux paramètres : la température de paroi interne ( $T_{pi}$ ) et le coefficient d'échange thermique global  $k$ .

#### 3.6.3.4. Calcul de la résistance d'encrassement $R$

La résistance d'encrassement  $R$  ( $m^2 \cdot ^\circ C/W$ ) se calcule selon l'Équation 18 par la différence des inverses entre la valeur du coefficient d'échange global  $k$  à un encrassement donné et la valeur de  $k_p$  pour l'échangeur propre ( $W/m^2 \cdot ^\circ C$ ) [Cengel, 1998].

$$R = \frac{1}{k} - \frac{1}{k_p}$$

Équation 18 : Résistance d'encrassement  $R$ .

#### 3.6.4. Vitesse d'entartrage

L'objectif de ce paragraphe, est de définir les variables à prendre en compte dans le mécanisme d'entartrage. Nous allons développer une méthode de calcul qui combine les aspects thermodynamique et cinétique en vue de donner un ordre de grandeur de l'entartrage des échangeurs de chaleur par les sels contenus dans une eau de ville.

##### 3.6.4.1. Généralités

Les eaux à usage domestique comportent un grand nombre de sels, dissous en proportions très variables, en fonction du lieu géologique. Les éléments qui nous intéressent plus particulièrement ici sont ceux qui sont susceptibles de conduire à des dépôts formant le tartre.

L'étude de l'entartrage consiste, dans un premier temps, à rechercher la limite de solubilité des combinaisons des différentes espèces présentes dans l'eau qui donneront lieu à la précipitation de sels insolubles.

L'entartrage à chaud a deux causes [Langelier, 1950] [Liu, 1971] [Sulmont, 1974]. La première est liée à la présence de **sels à solubilité inverse**, c'est à dire de **sels dont la solubilité diminue lorsque la température augmente**. Ce phénomène apparaît dans les générateurs d'eau chaude : les parois des échangeurs de chaleur peuvent y atteindre des valeurs de température avec lesquelles certains sels solubles au cœur de l'écoulement ne le sont plus à la température de paroi.

La deuxième cause est liée à la chimie de l'eau et à la modification des équilibres sous l'effet de la température. En plus des espèces naturellement présentes à température ambiante, d'autres espèces peuvent apparaître par réaction chimique à plus haute température par déplacement des équilibres.

Les considérations qui précèdent conduisent à aborder le problème sous l'angle de la chimie et de la thermodynamique des équilibres et de la solubilité. Les aspects cinétiques permettent de connaître la vitesse de croissance des dépôts. Pour cela, il faut évaluer la sursaturation nécessaire pour initier la précipitation, le temps de germination induisant un retard dans l'apparition des dépôts et enfin les constantes cinétiques des réactions de précipitation.

Compte tenu de la multitude des espèces en jeux, il est très difficile de rassembler toutes les données nécessaires. De plus, en fonction des situations, on sait à l'avance quelles sont les espèces qui risquent de précipiter ou non.

Par exemple, dans le cas de l'étude de l'entartrage par une eau douce, le problème consiste à traiter principalement de la précipitation du carbonate de calcium.

Pour des eaux plus spécifiques, par exemple riches en sulfates, on ajoutera l'étude de la précipitation du sulfate de calcium, particulièrement difficile à éliminer sous sa forme dihydratée (gypse), car insoluble dans les solutions acides de détartrage [Liu, 1971]. Pour une eau riche en magnésium, de l'hydroxyde de magnésium formé par décomposition des bicarbonates peut apparaître [Sulmont, 1974].

#### 3.6.4.2. Recueil des données disponibles

##### Formation du carbonate de calcium

Les dépôts de carbonate de calcium se forment par déplacement de l'équilibre carbonique vers la formation de carbonate à partir de bicarbonate présent naturellement dans les eaux sous forme soluble (Équation 19) :



**Équation 19 : Formation de carbonate de calcium.**

La limite de précipitation dépend du produit de solubilité du carbonate de calcium, du pH (Figure 15), de la concentration en sels dissous et de la température. L'ensemble de ces paramètres est pris en compte par le graphique de Langelier [Langelier, 1950]. Il permet, pour une température donnée de déterminer le  $pH_s$  (pH de saturation) à partir duquel le carbonate de calcium précipite. La différence entre le pH réel de l'eau et le  $pH_s$  donne l'indice de Langelier. Si celui-ci est positif, l'eau est incrustante (entartrante) ; dans le cas contraire, elle est agressive et le tartre ne se forme pas.

Le  $pH_s$  peut être déterminé par l'Équation 20 :

$$pH_s = pK_2 - pK'_s - \log(HCO_3^-) - \log(Ca^{2+}) = pCa + palk + pC$$

**Équation 20 : Le pH de saturation.**

$pCa$  : potentiel en  $Ca^{2+}$

$palk$  : potentiel en  $HCO_3^-$

$pC$  : potentiel en sels dissous

$pK_2$  : la constante de la deuxième acidité de l'acide carbonique

$pK'_s$  : le produit de solubilité du carbonate de calcium

Le diagramme de Langelier ne traite que l'aspect thermodynamique du problème (équilibre chimique) et non pas l'aspect cinétique (vitesse de dépôt) Figure 14.

#### Formation du sulfate de calcium

Ce sel est particulièrement gênant dans les installations du fait de l'insolubilité du gypse dans les acides contenus dans les solutions de détartrage. Les conditions de sa précipitation ont donc été plus étudiées que pour d'autres sels.

Il existe un grand nombre de diagrammes de solubilité des différentes formes du sulfate de calcium en fonction de la température. On y trouve la forme anhydre (ou anhydrite), le gypse (ou dihydrate) et enfin la forme hémihydratée. Tous sont des sels à solubilité inverse[Liu, 1971].

La solubilité des différentes formes hydratées du sulfate de calcium [Liu, 1971] est donnée par la Figure 16.

Contrairement au carbonate de calcium, des données existent sur la cinétique de précipitation de sulfate de calcium.

Quelques définitions sont à introduire en vue de calculer la cinétique.

Concentration à la saturation : c'est la concentration maximum d'une solution à la limite de la précipitation. Elle est donnée par les courbes de solubilité en fonction de la température.

Sursaturation (S): c'est le rapport entre la concentration réelle (C) de la solution et la concentration à la saturation (C\*). Il peut être nécessaire d'atteindre un taux de sursaturation avant de commencer à précipiter. Ce taux peut également résulter d'une concentration dans la solution supérieure à celle correspondant à la saturation pour la température de paroi d'un échangeur. La sursaturation peut également apparaître comme l'écart entre la concentration réelle et la concentration à la saturation ; c'est alors un gradient moteur pour une croissance cristalline.

Temps de germination : c'est le temps au bout duquel la précipitation commence effectivement bien que les conditions thermodynamiques soient réunies. Ce temps dépend de la sursaturation et d'éventuels additifs.

Vitesse de croissance : elle s'exprime par Équation 21.

$$dm/dt = K.S (C-C^*)^n.$$

**Équation 21 : Vitesse de croissance.**

$dm/dt$  : la quantité massique de sel qui précipite par unité de temps, (mg/h)

$K$  : la constante cinétique de la précipitation, (mg/h.cm<sup>2</sup>.(mol/l)<sup>n</sup>)

$S$  : la surface cristalline en croissance, (cm<sup>2</sup>)

$C-C^*$  : l'écart à la saturation, (mol/l)

$n$  : est un exposant qui dépend de l'étape limitante pour le dépôt (n=1 si c'est la diffusion, n=2 si c'est l'intégration au précipité).

Énergie d'activation : toute constante cinétique varie avec la température. La loi de variation est du type Arrhénius présentée dans l'Équation 22.

$$K = K_o \cdot \exp (-E_a/RT).$$

**Équation 22 : Énergie d'activation.**

$E_a$  : l'énergie d'activation de la réaction, (cal/mol)

$R$  : la constante des gaz parfaits ( $R=2$  cal/mol.K)

$T$  : la température absolue, (K)

$K$  : la constante cinétique de la précipitation, (mg/h.cm<sup>2</sup>.(mol/l)<sup>2</sup> )

$K_o$  : la constante spécifique, (mg/h.cm<sup>2</sup>.(mol/l)<sup>2</sup> )

Pour le sulfate de calcium dihydraté (CaSO<sub>4</sub>, 2H<sub>2</sub>O), l'énergie d'activation vaut, selon les auteurs, 16,5 kcal/mol, 15 entre 10°C et 40°C et 14 entre 60°C et 100°C [Liu, 1971].

Les limites de solubilité sont données par la Figure 16. Les insolubilités des différentes espèces sont atteintes en fonction de la température et de la concentration. Nous aborderons en discussion l'impact du facteur de concentration obtenu respectivement par les différents évaporateurs sur les limites d'insolubilités.

#### Formation de l'hydroxyde de magnésium

L'hydroxyde de magnésium est aussi un sel à solubilité inverse [Sulmont, 1974]. Sa courbe de solubilité est donnée par la Figure 17. Cette courbe est incomplète car, étant un sel basique, la solubilité dépend du pH. Cette courbe est donc à considérer comme la limite de solubilité de l'hydroxyde introduit dans une eau initialement à pH neutre.

L'énergie d'activation de la précipitation est 6 kcal/mol [Sulmont, 1974].



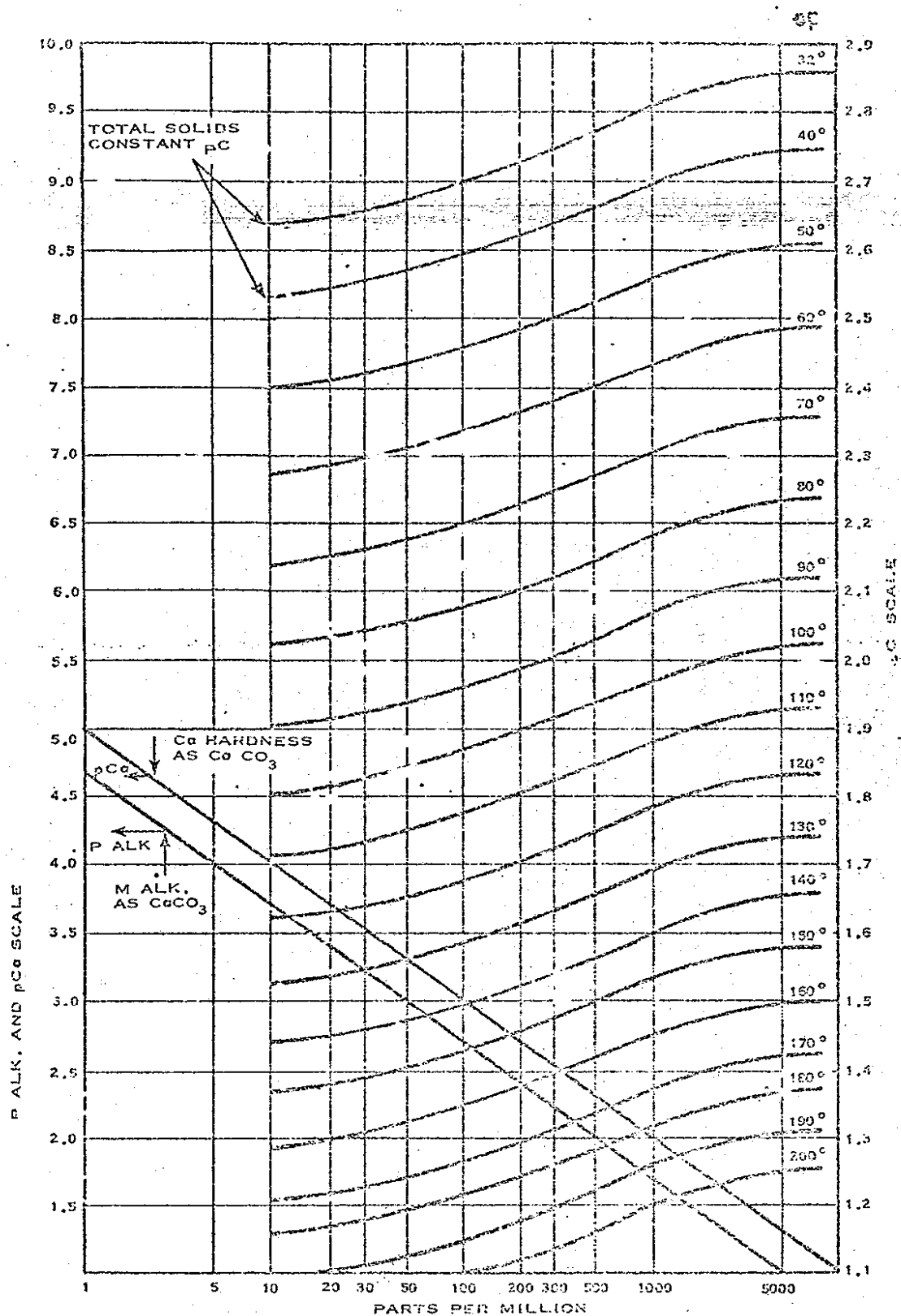


Figure 14 : Diagramme de Langelier – Solubilité du carbonate de calcium [Langelier, 1950].

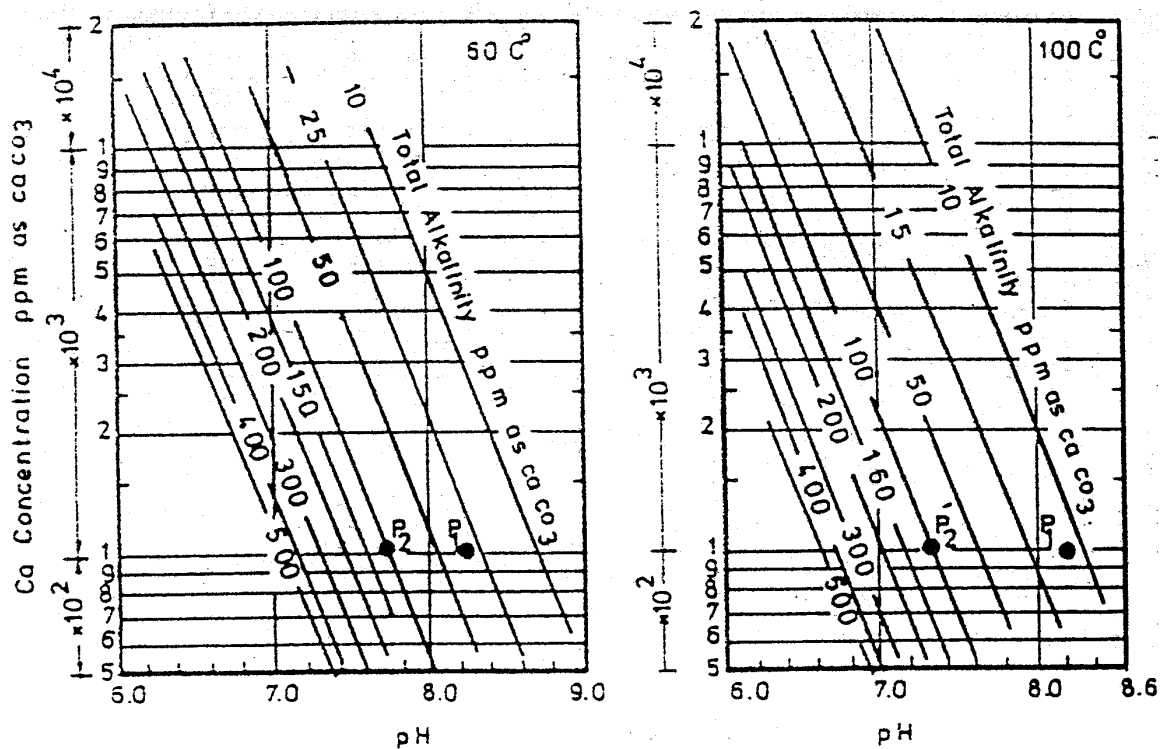


Figure 15 : Courbes de solubilité du carbonate de calcium [Langelier, 1950].

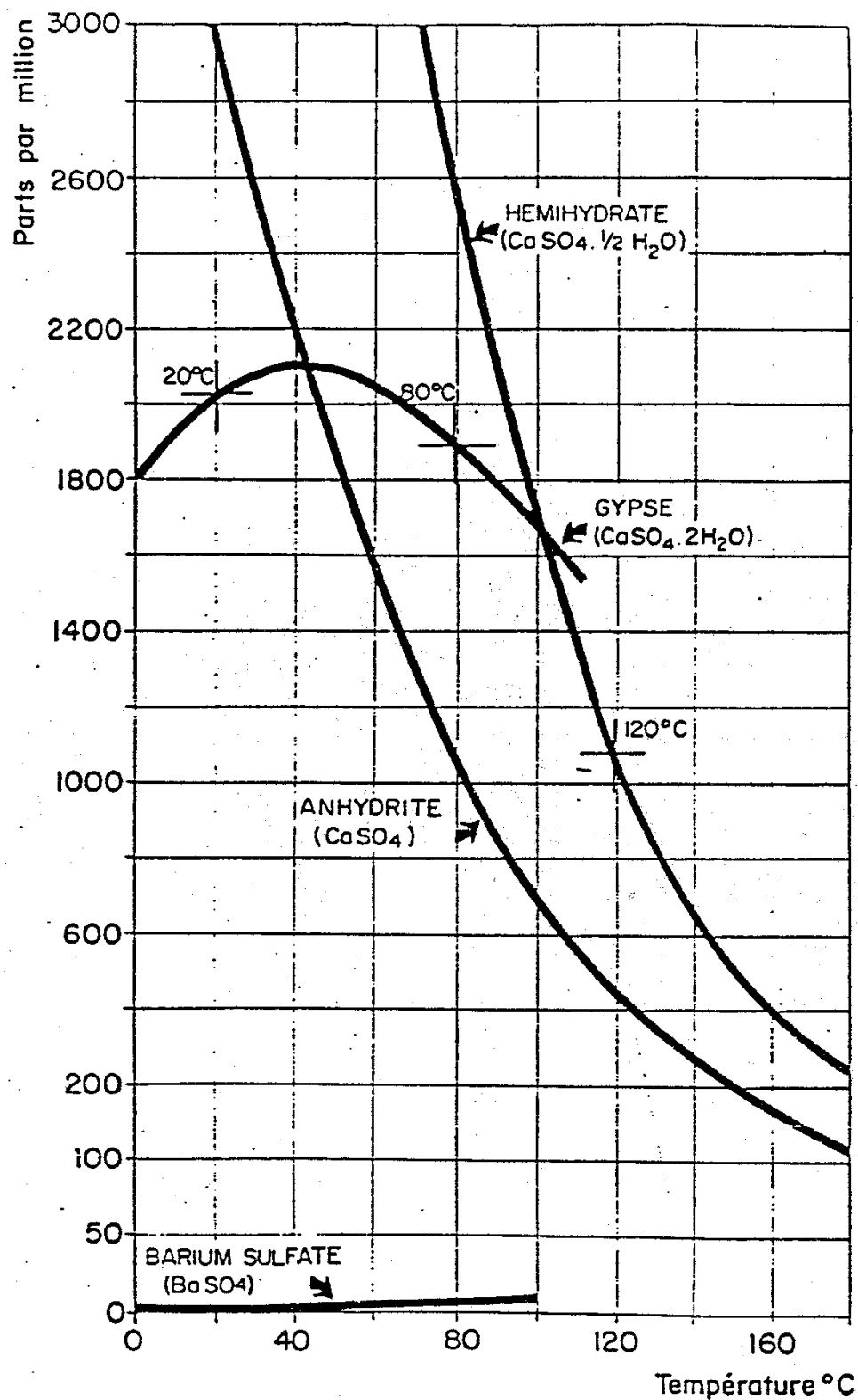


Figure 16 : Solubilité des différentes formes de sulfate de calcium [Liu, 1971].

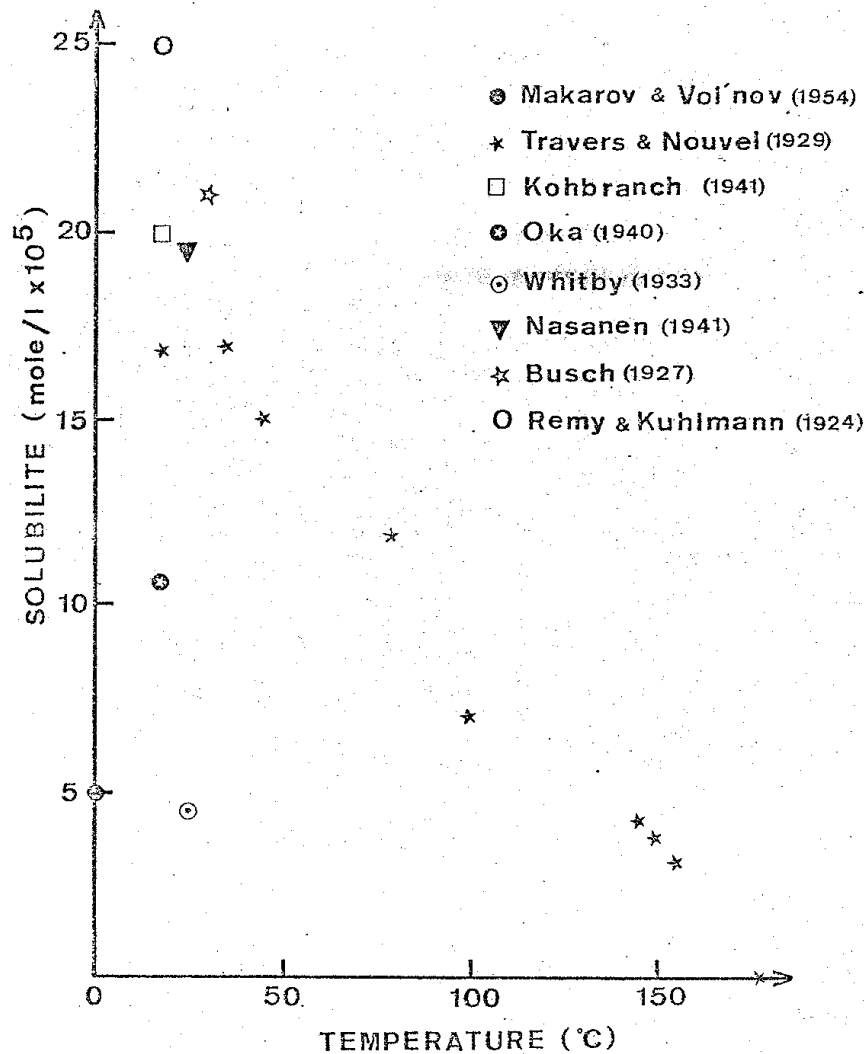


Figure 17 : Solubilité de l'hydroxyde de magnésium [Sulmont, 1974].

#### 3.6.4.3. Vitesse de dépôt pour le carbonate de calcium

Nous avons présenté les solubilités des différents composés comme le carbonate de calcium, le sulfate de calcium et l'hydroxyde de magnésium afin d'obtenir une vue d'ensemble sur les dépôts. Par simplification, nous ne considérerons que le carbonate de calcium, le seul susceptible de précipiter dans les conditions de chauffage d'eau douce.

Il existe une donnée sur l'énergie d'activation de la réaction de précipitation du carbonate de calcium. La vitesse de croissance de l'épaisseur du dépôt s'exprime sous la forme (Équation 23) :

$$de/dt = K.(C - C^*)^2$$

**Équation 23 : La vitesse de dépôt pour le carbonate de calcium.**

$de/dt$  : la vitesse de croissance de l'épaisseur du dépôt, (mm/h)

$K$  : la constante cinétique de la précipitation, (mm/h.(mol/l)<sup>2</sup>)

$C-C^*$  : l'écart à la saturation, (mol/l)

$n=2$  : l'intégration au précipité

Lorsque la température augmente, la vitesse de précipitation varie sous l'effet de deux paramètres [Langelier, 1950] [Liu, 1971] [Sulmont, 1974] : la solubilité diminue et la constante cinétique de précipitation augmente. Ces deux paramètres vont dans le sens d'une accélération de la vitesse de croissance de l'épaisseur de dépôt. Le chauffage à ébullition d'un effluent, dans une certaine gamme de température, peut favoriser l'entartrage de l'échangeur de chaleur. Nous effectuerons l'étude de l'influence de la température sur la vitesse de croissance du dépôt.

### 3.6.5. Facteur de concentration et Consommation spécifique

Au cours des essais expérimentaux, nous allons suivre pour chaque procédé, l'évolution du facteur de concentration et l'évolution de la consommation spécifique. Nous présentons les définitions.

L'impact de la réduction de volume sur l'effluent est établi par le facteur de concentration obtenu sur chaque procédé en cycle batch pour la CMV ou en continu pour la PAC et le TPC. Le facteur de concentration (FC) est exprimé sans unité, c'est le rapport des quantités d'effluent et de résidu. Il est présenté dans l'Équation 24. Les quantités de résidu correspondantes aux diverses techniques sont : 26 kg pour la CMV, 50 kg pour la PAC et 130 kg pour la charge du réservoir du TPC.

$$\text{Facteur de concentration} = \frac{\text{Quantité d'effluent(kg)}}{\text{Quantité de résidu(kg)}}$$

**Équation 24 : Facteur de concentration.**

Note : Pour le procédé PAC en particulier, il est possible de régler le facteur de concentration par l'action sur la vanne de vidange du débit de résidu. Le facteur de concentration est ainsi défini par le rapport des débits d'alimentation et résidu.

La consommation spécifique décrit l'énergie nécessaire au procédé pour évaporer l'eau exprimée en kWh par tonne d'eau évaporée, c'est le rapport de la consommation électrique et du débit de production. Il est présenté dans l'Équation 25.

$$\text{Consommation spécifique (kWh/tee)} = \frac{\text{consommation électrique (kW)}}{\text{débit de production (kg/h)}}$$

**Équation 25 : Consommation spécifique.**

Note : Pour le calcul économique, nous exprimerons la consommation spécifique en kWh par tonne traitée, c'est à dire en fonction du débit d'alimentation.

Ces deux critères techniques vont nous permettre d'évaluer les performances de chaque procédé d'évaporation.

### 3.6.6. Définitions des critères financiers

Nous examinons les méthodes traditionnelles suivantes [Thiriez, 1984] [Proth, 1992]:

- Valeur Actualisée Nette (VAN) ;
- Délai de Retour sur Investissement (DRI) ;
- Taux Interne de Rendement (TIR).

#### 3.6.6.1. Calcul de rentabilité : Taux d'actualisation t/VAN

Le taux d'actualisation  $t$  est défini comme le loyer de l'argent. Disposer d'une somme d'argent n'est pas gratuit,  $t$  est un terme correctif de la valeur concrète de l'argent dans le temps. Plus l'argent arrive tardivement, moins il n'a de valeur financière. Le taux d'actualisation  $t$  est compris entre 0 et 1.

La VAN se définit comme la somme des **Flux Nets Actualisés (FNA)** de trésorerie relatifs au fonctionnement du projet, sur toute sa durée de vie (horizon de projet de  $m$  périodes) moins le montant de l'investissement initial  $I_0$ . La formule de la VAN est fournie dans l'Équation 26.

$$VAN = -I_0 + \sum_{n=1}^m \frac{FN(n)}{(1+t)^n} = -I_0 + \sum_{n=1}^m FNA(n)$$

**Équation 26 : VAN.**

Le Flux Nets de trésorerie  $FN(n)$  représente la somme de l'activité des dépenses effectuées et des recettes enregistrées par le projet pour une période élémentaire d'une année. Afin de prendre en compte la valeur concrète de l'argent dans le temps, le Flux Net  $FN(n)$  est actualisé par l'intervention du taux d'actualisation  $t$ , ce qui donne le Flux Net Actualisé  $FNA(n)$ .

Le terme obtenu pour  $n = 0$  est l'investissement initial  $I_0$ .

La méthode de la VAN est utilisée de deux manières :

Pour l'acceptation d'un projet, le projet est accepté pour  $VAN > 0$ .

Pour le choix entre deux projets, le projet le plus rentable est de préférence celui dont la VAN est la plus importante. Cependant l'égalité de la VAN rend le choix indifférent.

La Figure 18 présente l'évolution de la VAN et la valeur de la VAN sur l'horizon de projet.

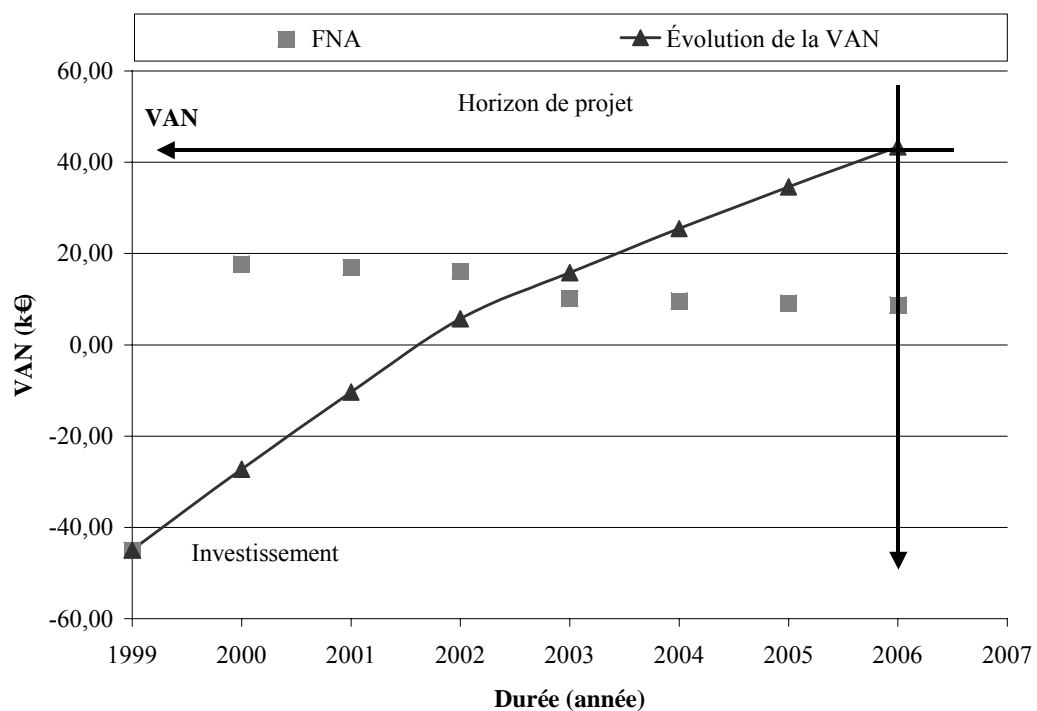


Figure 18 : VAN [Thiriez, 1984].

### 3.6.6.2. Calcul du risque : DRI

Le Délai de Retour sur Investissement est le nombre de périodes à partir duquel la somme des valeurs du Flux Net Actualisé de trésorerie est nulle.

Ce calcul offre une estimation du risque, temps au cours duquel le bilan est négatif (plus le temps est long, plus il y a de risque).

#### 3.6.6.3. Le taux interne de rentabilité : TIR

Une autre méthodologie, similaire à la VAN sur le plan conceptuel, consiste à rechercher le taux d'actualisation  $t$  pour lequel la valeur actualisée nette soit nulle, ce qui permet de s'affranchir du problème du choix du taux d'actualisation. Le taux d'actualisation  $t$  devient la solution de l'Équation 27.

$$\sum_{n=0}^m \frac{FN(n)}{(1+t)^n} = 0$$

**Équation 27 : TIR.**

Ce taux est appelé taux interne de rentabilité TIR et la méthode consiste alors à prendre en priorité l'investissement dont le taux interne de rentabilité est le plus élevé. Le TIR est le produit généré par l'argent investi, il décrit l'intérêt d'un placement. C'est le taux de rendement du capital, identique au montant de l'investissement, placé pendant une durée égale à la durée de vie de ce dernier.

Ce taux peut être également comparé à un taux de référence déterminé pour l'entreprise qui sert d'indicateur de gestion et en dessous duquel les propositions d'investissements ne sont pas retenues.

La Figure 19 représente l'évolution de la VAN jusqu'à atteindre une valeur nulle sur l'horizon de projet choisi, ce qui permet de déterminer la valeur du TIR.



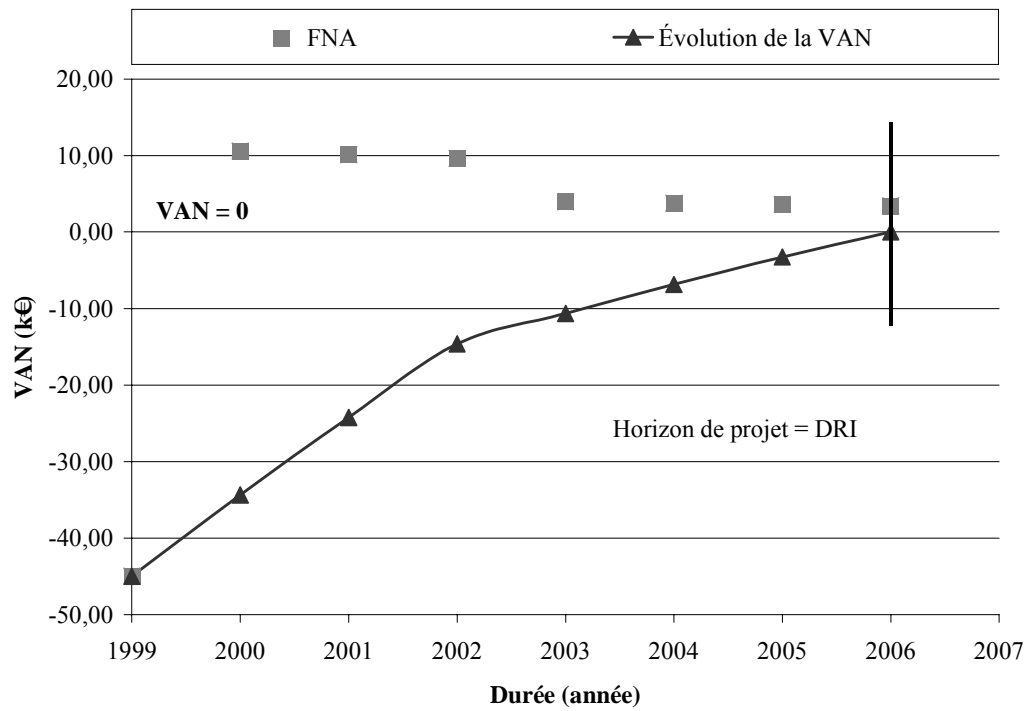


Figure 19 : TIR [Thiriez, 1984].

### 3.7. Rappels théoriques sur le fonctionnement du TPC

Nous effectuons le rappel théorique de la densité de flux critique pour le TPC en vue de fonctionner de manière sécuritaire. Ce point particulier fera l'objet d'une discussion sur les paramètres en présence pour éviter la densité de flux critique. Avant de définir la densité de flux critique, nous allons d'abord définir le titre thermodynamique (noté  $x_{th}$ ), puis parcourir les différents régimes d'écoulement pour arriver, lors d'un assèchement brutal de paroi, au phénomène de crise d'ébullition.

#### 3.7.1. Définition du titre thermodynamique

Le titre thermodynamique  $x_{th}$  en vapeur est donné en Équation 28 par le Manuel Technique du Greth [Greth, 1997] pour un fluide entrant sous-refroidi et qui reçoit une quantité de chaleur  $\dot{Q}$  :

$$x_{th} = \frac{1}{h_{lg}} \left( \frac{\dot{Q}}{\dot{M}} + h_{in} - h_{l,sat} \right)$$

Équation 28 : Titre thermodynamique.

Avec :

- $x_{th}$  : titre thermodynamique
- $h_{lg}$  : chaleur latente de vaporisation, (J/kg)
- $h_{in}$  : enthalpie d'entrée, (J/kg)
- $h_{l,sat}$  : enthalpie liquide saturée, (J/kg)
- $\dot{Q}$  : quantité de chaleur, (J/s)
- $\dot{M}$  : débit massique, (kg/s)

#### 3.7.2. Régimes thermique et hydraulique pour un tube vertical

Les transferts de chaleur, lors du changement de phase, sont étroitement liés à la configuration de l'écoulement diphasique et plus particulièrement à la répartition des phases liquide et vapeur au sein de la conduite ( $x_{th}$ , titre vapeur). On considère le cas d'un tube vertical chauffé à flux constant. Le fluide entre sous-refroidi au bas du tube et sort à l'état de vapeur surchauffée. De l'entrée du tube jusqu'à la sortie, on observe en Figure 20 les zones (de A à H) des divers régimes thermiques [Greth, 1997] :

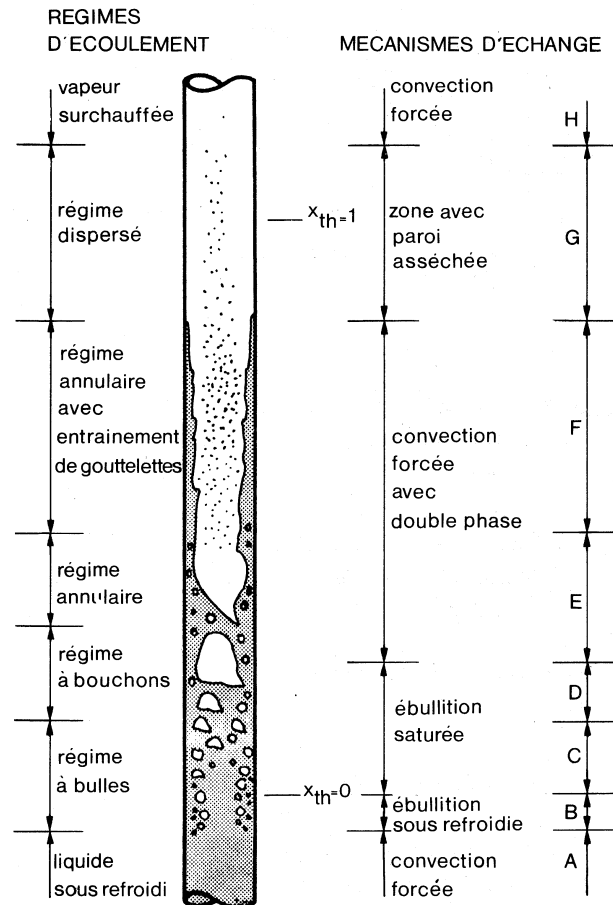


Figure 20 : Écoulements et mécanismes d'échange thermique dans un tube vertical.

A – convection monophasique en phase liquide (zone A :  $x_{th} < 0$ )

La paroi est à une température supérieure à celle du liquide, le processus de transfert est de la convection forcée en phase liquide. Les deux températures augmentent de façon linéaire en fonction de la hauteur.

B – ébullition sous refroidie (zone B :  $x_{th} < 0$ )

La température de la paroi dépasse la température ONB (Onset Nucleate Boiling), température à partir de laquelle la formation de vapeur par nucléation (création de bulles initiées sur des criques, défauts de paroi) devient possible. La formation de vapeur se met en place en paroi et au cœur de l'écoulement de liquide sous refroidi (température inférieure à  $T$  saturation), le mécanisme de transfert est alors appelé « ébullition nucléée sous refroidie ». Dans cette région, la température de paroi reste essentiellement constante tandis que la température de mélange du fluide croît jusqu'à la température de saturation au point C.

Dans la première partie, la température du fluide est encore assez faible, le nombre de sites actifs est peu élevé et le transfert thermique se fait par convection essentiellement. Dans une deuxième partie, la zone d'ébullition est pleinement développée pour que toute la surface pariétale soit recouverte de bulles. Le transfert se fait par nucléation.

CD – ébullition nucléée saturée (zones C et D :  $x_{th} > 0$ )

Les températures de paroi du fluide restent constantes. Au niveau de la paroi, une fine couche de liquide reste surchauffée et entretient le phénomène de nucléation. Les bulles grossissent et se regroupent pour former des poches ou bouchons.

EF – convection forcée diphasique (zones E et F :  $0 < x_{th} < 1$ )

La formation de bulles à la paroi se réduit et le transfert de chaleur se fait par conduction et convection dans le film liquide présent à la paroi. La vapeur est générée à l'interface gaz-liquide.

G – zone d'assèchement (zone G :  $x_{th} < 1$ )

Le liquide ne mouille plus complètement la paroi et le coefficient d'échange thermique décroît brutalement. Le film liquide a complètement disparu et la vapeur contient des gouttelettes d'eau à  $T$  saturation. Le flux imposé à la paroi entraîne une brusque élévation de la température pariétale, puisque le coefficient de transfert de gaz est nettement inférieur à celui du liquide. Nous avons alors le phénomène appelé « crise d'ébullition » où la température de la paroi peut dépasser la température de fusion du métal. Il faudra donc être prudent quant à la valeur du flux imposé, pour ne pas atteindre la valeur du flux critique.

H – convection monophasique en phase vapeur (zone H :  $x_{th} > 1$ )

Les gouttelettes se sont totalement vaporisées. Nous avons une zone de convection forcée en phase vapeur, le transfert étant analogue à celui de A.

### 3.7.3. Coefficient d'échange thermique en fonction du titre vapeur

En fonction du titre vapeur  $x_{th}$  en Figure 21, le coefficient d'échange thermique  $h$  croît depuis la valeur en simple phase liquide, jusqu'à un maximum pour le titre critique, puis décroît jusqu'à la valeur en simple phase vapeur. Le maximum d'intensification par rapport au coefficient d'échange en simple phase vapeur peut atteindre 20 à 30. Il dépend essentiellement des conditions opératoires (flux de chaleur, pression réduite et débit massique) et des propriétés physiques (masse volumique, conductivité thermique). Nous retrouvons les différentes zones (régimes d'écoulement et mécanismes d'échanges).

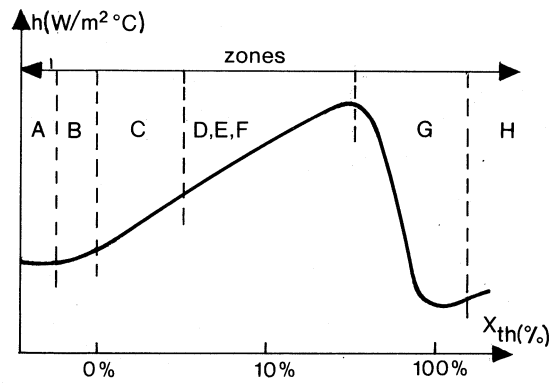


Figure 21 : Coefficient d'échange thermique en fonction du titre vapeur.

### 3.7.4. Définition densité de flux critique

La densité de flux critique (ou CHF) est la valeur de la densité de flux imposée à une paroi, au-delà de laquelle les échanges entre le fluide et la paroi se dégradent brusquement, du fait qu'une partie de la surface n'est plus en contact, de façon durable, avec du liquide. Il est important de pouvoir prédire l'apparition de ce phénomène appelé crise d'ébullition, et ce notamment lorsque la densité de flux à la paroi est imposée, car l'augmentation brutale de la température de la paroi asséchée peut conduire à sa fusion.

La crise d'ébullition apparaît, soit par l'arrêt de l'ébullition nucléée, soit par l'assèchement du film liquide à la paroi (écoulement avec un fluide saturé à titre modéré ou élevé). Elle résulte de la formation d'une couverture de vapeur près de la paroi, d'une croissance brutale de la température de paroi sous la bulle et d'un assèchement de la paroi au passage d'un bouchon de vapeur (écoulement sous-refroidi ou à très faible titre vapeur).

Dans un tube vertical, chauffé uniformément à flux constant, le CHF dépend principalement de cinq variables indépendantes : la vitesse massique, la longueur chauffée, le titre thermodynamique, le diamètre du tube et la pression.

### 3.8. Approche intégrée

L'approche intégrée présente notre façon d'approcher le traitement par évaporation sous divers angles en vue d'optimiser d'une part le fonctionnement de chaque technique et d'autre part les coûts économiques engendrés. Nous énoncerons comment prendre en compte l'effluent et en particulier la phase aqueuse générée par évaporation. Nous évaluerons le transfert de matière spécifique à la séparation eau/huile d'un fluide de type micro-émulsion, le transfert de chaleur suivant la température du procédé et le coefficient d'échange thermique global  $k$ . Nous compléterons l'approche par l'analyse économique d'un tel procédé dans le milieu industriel de la mécanique française. Cette approche intégrée va nous permettre d'améliorer chaque procédé individuellement et d'utiliser les avantages de chacun.

#### 3.8.1. Effluent

Pour plusieurs raisons, il est difficile de tenir compte de l'évolution de la formulation entre un fluide de coupe neuf et l'effluent (fluide de coupe usé) obtenu après l'opération d'usinage. Nous dirons comment nous allons procéder pour valider la dégradation du fluide et la technologie de traitement utilisée avec un minimum d'analyse et de connaissance propre aux fluides de coupe.

##### 3.8.1.1. Point de vue technique

L'usinage atteint des températures d'outils à 800 °C qui entraînent trois mécanismes sur les fluides de coupe en service : l'évaporation du fluide, la consommation d'additifs et le cassage de certaines molécules organiques. Le fluide de coupe en service perd peu à peu ses propriétés et devient un effluent (fluide usé) par la contamination des micro-organismes, des huiles étrangères, des particules métalliques, ...

Par conséquent, nous proposons de tenter de caractériser l'effluent suivant les méthodes particulières utilisées pour le suivi des fluides de coupe lors de l'usinage. L'analyse des résultats montrera si les valeurs mesurées entre le fluide usé et le fluide neuf donnent une indication sur la dégradation. Et peut-être nous distinguerons un ou plusieurs critères significatifs pour suivre précisément la dégradation amenée par l'intervention de mécanismes fort complexes.

### 3.8.1.2. Point de vue confidentialité

La composition d'un fluide de coupe relève du savoir-faire des fournisseurs de lubrifiants et n'est pas accessible aux utilisateurs pour des raisons de confidentialité industrielle. L'analyse des composés, contenus dans le distillat demande des moyens très importants en hommes et matériels puisque les molécules peuvent se dégrader et sont difficiles à identifier après évaporation.

Face à la confidentialité de l'information sur les composés qui sont susceptibles de distiller avec l'eau et à l'identification des molécules après les divers mécanismes (consommation, dégradation,...), nous proposons un essai de recyclage de la phase aqueuse. Cet essai pourrait permettre de valider la technologie indépendamment des analyses à développer. Notre apport se situe en amont par des tests standards effectués sur la phase aqueuse pour déterminer si elle est propre à la réutilisation lors de la préparation du nouveau fluide de coupe. Ces tests standards, pratiqués par les fournisseurs de lubrifiants, sont en relation avec les propriétés de stabilité, de moussage et d'anti-corrosion propre au fluide de coupe. Nous tenterons de qualifier la phase aqueuse par des mesures globales selon les critères réglementaires de l'Arrêté du 2 février 1998 comme les hydrocarbures totaux, la DCO, le NTK, le pH et la température en vue d'évaluer la conformité pour le rejet vers une station d'épuration.

### 3.8.2. Transfert de matière

Pour évaluer le critère d'efficacité de séparation, obtenu par évaporation de la phase aqueuse pour les fluides de coupe de type micro-émulsion, le transfert de matière requiert deux mécanismes. Les mécanismes de distillation de liquide non-miscible et d'entraînement mécanique de gouttes ont été détaillés dans la section méthode de calcul. L'approche que nous proposons s'intéresse d'une part, à l'utilisation d'un élément traceur pour quantifier l'entraînement mécanique des divers procédés. D'autre part, le calcul de la masse de l'huile dépend des facteurs de la distillation de liquide non-miscible.

#### 3.8.2.1. Utilisation de l'élément traceur

Dans le but de mieux quantifier le mécanisme de primage sur la qualité du distillat, nous mesurerons les concentrations respectives de l'élément traceur en vue de constater sa présence en faible ou forte quantité.

Comme élément traceur, nous choisirons le bore (B) puisqu'il remplit les trois conditions recherchées :

- Il est présent dans la formulation des fluides de coupe de type micro-émulsion utilisés dans l'étude ;
- Il est absent en théorie dans le distillat sous les conditions de pression et température pratiquées ;
- Il est détectable au spectromètre d'émission ICP pour des teneurs supérieures à 0,5 mg/l [ISO 11 885, 1996].

L'utilisation de l'élément traceur sur le distillat va permettre de quantifier la présence de l'entraînement mécanique. Nous proposons de relier le résultat analytique de la teneur en bore en fonction de la vitesse de la vapeur calculée pour chaque procédé. À l'issue du procédé étudié, nous pourrions indiquer la vitesse de la vapeur à laquelle le mécanisme de primage est négligeable. Nous donnerons une estimation à partir d'un pourcentage établi par le bore pour la quantité d'huile potentiellement entraînée dans le courant de vapeur généré. Nous allons déterminer ainsi l'impact de l'entraînement mécanique sur l'efficacité de séparation.

#### 3.8.2.2. Masse d'huile

À la lecture de l'équation du transfert de matière du mélange non miscible (Équation 4), il est important de connaître les caractéristiques de l'huile présente dans les fluides de coupe testés afin de déterminer la masse d'huile présente dans le distillat. Les caractéristiques sont en particulier la masse molaire et la tension de vapeur. Elles seront fournies par les sociétés de lubrifiants. La masse molaire de l'huile et les valeurs de tension de vapeur en fonction de la température d'ébullition vont nous indiquer la masse d'huile potentielle dans la phase aqueuse. La représentation du calcul théorique se lira sur le diagramme : masse d'huile en fonction de la pression de saturation. Ceci nous permettra de comparer la quantité d'huile recueillie dans le distillat obtenu expérimentalement par le calcul théorique de Wuithier [Wuithier, 1958]. Par exemple, nous observerons si nous sommes dans l'ordre de grandeur.

Comme nous venons de le voir, le calcul théorique nous indique d'ores et déjà la présence d'huile dans le distillat. Nous tenterons, par les techniques analytiques que nous avons à notre disposition, de la caractériser.

Le rendement du transfert de matière fait la somme de la masse d'huile de l'entraînement mécanique et de la distillation de liquide non miscible pour chaque procédé.



### 3.8.3. Transfert de chaleur

Le procédé de concentration par évaporation de la phase aqueuse se cantonne à l'évolution des propriétés physiques des composés accumulés, ce qui a une répercussion sur les conditions de transfert de chaleur du système. Le transfert de chaleur a une influence notable sur les performances techniques (débit, facteur de concentration, consommation spécifique,...).

Nous allons étudier le comportement des fluides du point de vue de l'échange thermique, grâce au calcul particulier du coefficient d'échange thermique global  $k$  pour chaque procédé. Ce coefficient va nous renseigner sur l'échange thermique de l'appareillage et les modifications de cet échange lors de l'étape de concentration. Nous déterminerons expérimentalement, à partir des fluides de coupe représentatifs, les limites techniques de chaque procédé. Par exemple, nous observerons le critère de réduction de volume obtenu par le facteur de concentration en fonction de l'alimentation en fluides de coupe.

Chaque technique dépend principalement des trois paramètres d'évaporation qui sont la densité de flux (flux de chaleur), la surface d'échange et la pression de saturation. Le calcul du transfert de chaleur pour le procédé, nous permet de prendre en compte deux paramètres importants. Ces deux paramètres sont la température maximale à laquelle est soumis le fluide de coupe dans le procédé (température d'ébullition pour la CMV, température de surchauffe pour la PAC, et température de paroi interne pour le TPC) et le coefficient d'échange thermique global  $k$ .

En premier, nous allons poser les hypothèses sur le comportement du fluide apporté par l'influence de la température du procédé.

Nous posons les trois hypothèses suivantes :

- formation de gel;
- dégradation des composés;
- encrassement (dépôt de produits organiques, dépôt de tartre).

Comme nous l'avons décrit en bibliographie sur les fluides de coupe, les diagrammes ternaires présentent, dans certaines conditions (pression, température, concentration) une zone où l'émulsion est instable et forme un gel. De plus, nous observerons si effectivement une formation de gel se produit dans l'évaporateur par rapport au paramètre température du procédé. Nous tenterons d'identifier les paramètres particuliers qui agissent.

Il est certainement possible que la température du procédé d'évaporation amène une dégradation des composés présents dans le fluide de coupe d'autant plus que le fluide soit usé. Étant donné que la dégradation des composés est difficilement quantifiable, dû à l'intervention de mécanismes complexes, nous mesurerons la résistance au transfert de chaleur selon le calcul de  $R$ , s'il est possible de la distinguer par rapport au tarte.

L'encrassement crée une résistance sur les conditions de transfert de chaleur qui se répercute sur le facteur de concentration. Nous allons évaluer si les valeurs d'encrassement par le calcul de  $R$  sont acceptables pour le fonctionnement industriel et la rentabilité économique. Nous allons déterminer l'influence de la température sur la vitesse d'entartrage à partir de la méthode développée sur le couplage de la thermodynamique et de la cinétique. Par exemple, nous calculerons la vitesse de dépôt pour le carbonate de calcium en fonction des eaux des villes de Saint-Etienne, Grenoble et des fluides de coupe.

La température du procédé modifie le comportement du fluide qui modifie à son tour l'échange thermique dont l'impact se mesure sur les performances techniques (débit, facteur de concentration, consommation spécifique,...). Notre objectif est de mesurer comment évolue l'échange thermique et les performances techniques suivant les différents procédés et les fluides utilisés. Le suivi du coefficient d'échange thermique global  $k$  est l'image potentielle de l'évolution du comportement du point de vue de l'échange thermique des fluides de coupe pendant l'opération de concentration. Nous allons pouvoir, pour chaque technique, classer les fluides en fonction de leur valeur de  $k$ .

Les performances techniques vont être utiles en vue d'obtenir une vision globale du procédé en termes de coûts économiques.

#### 3.8.4. Analyse économique

L'approche économique se précise par les données particulières nécessaires à l'étude et à l'organisation du calcul, sous forme d'une matrice. Nous terminerons par la démarche suivie mettant en relief deux aspects : le plan des résultats et le couplage du volet économique et du volet technique. L'aspect novateur est d'utiliser l'économie comme bras de levier pour améliorer les technologies employées.

##### 3.8.4.1. Description de l'étude économique

Nous allons surveiller l'évolution des paramètres en fonction des critères financiers dans un cadre fixé. Le cadre nous amène à choisir des valeurs de référence pour mener l'étude sur le taux d'actualisation et l'horizon de projet.

La valeur du taux d'actualisation  $t$  choisie provient des capitaux comme les emprunts des banques, les dividendes des actionnaires, le taux d'intérêt. Elle sera prise égale à 5 % pour l'ensemble des calculs sur la Valeur Actualisée Nette (VAN).

La durée de vie moyenne du matériel reconnu par le constructeur est de 7 ans.

L'influence de chacun des paramètres (le coût d'élimination, le volume de déchet, le facteur de concentration,...) va permettre à l'industriel de prendre une décision pour l'investissement.

L'objectif est de comparer économiquement les deux possibilités de traitements : le traitement individuel et la filière d'élimination par Évapo-Incineration.

Le coût de la filière d'élimination sera comptabilisé au niveau de la partie recette de fonctionnement du projet, puisqu'il génère une économie de traitement.

La VAN se définit comme la somme d'argent potentiellement économisée par rapport à la filière d'élimination. La valeur de la VAN permettra de sélectionner le projet le plus rentable (la VAN la plus élevée).

La comparaison de projets fait intervenir la remarque suivante : avec un DRI rapide, le risque est moindre mais le projet n'est pas forcément plus rentable. C'est pour cette raison qu'il faut étudier ensemble ces deux notions : rentabilité et risque.

En ce qui concerne le TIR, le capital investi n'est pas récupéré pour notre projet.

Le calcul s'effectue avec des valeurs de dépenses, prises constantes dans le temps, mais il serait possible de les faire varier ou de les « actualiser ».

#### 3.8.4.2. Matrice de calcul

La matrice de calcul est élaborée dans le but d'évaluer le domaine de rentabilité économique auquel se rapporte les conditions opératoires du projet (performances du procédé, coût d'élimination, volume de déchet) traduites en flux monétaires et éléments chiffrés (VAN, DRI, TIR).

Le tableau de calcul présente les données technico-économiques, il se décompose :

- horizontalement en 5 parties, investissement, fonctionnement, amortissement, flux nets de trésorerie et critères financiers (VAN, DRI, TIR) ;
- verticalement, en période de temps en années (durée de vie du matériel).

Le bilan de la matrice de calcul économique donne l'évolution de la VAN sur l'horizon de projet.

Les entrées dans la matrice de calcul sont de trois ordres :

- paramètres procédés : consommation spécifique, facteur de concentration, débit ;
- investissements : prix du matériel, compléments techniques, génie civil ;
- fonctionnements : dépenses (énergie, élimination du résidu, maintenance) et recettes (économie liée à la filière d'élimination directe).

Les paramètres procédés ne figurent pas dans le tableau mais sont pris en compte pour déterminer les différents coûts. Notamment dans le coût de fonctionnement de la partie dépense, le coût énergie électrique est calculé avec sa consommation spécifique. Le coût d'élimination du résidu est calculé en fonction du volume et du facteur de concentration.

Une fois les valeurs des parties investissement et fonctionnement entrées, le calcul économique débute par la dotation aux investissements. Celui-ci réduit la valeur comptable de l'investissement par un amortissement linéaire sur une période de 3 ans particulier au contexte fixé par la Fédération des Industries Mécaniques pour du matériel d'usine [De Montaudie, 1996].

Ensuite la partie calcul des flux nets de trésorerie donne le flux brut, somme de l'activité de fonctionnement dépenses et recettes. Il est souhaitable de prendre en compte l'aspect fiscal. La base imposable est le flux brut diminué de la dotation d'amortissement du matériel. Le montant des impôts se calcule sur 42,16 % de la base imposable. Le flux net est la somme du flux brut et du montant des impôts.

Enfin, pour un taux d'actualisation  $t$  égal à 5 %, nous obtenons annuellement en finalité le Flux Net Actualisé (FNA). L'évolution de la VAN donne la somme des FNA sur l'horizon de projet moins l'investissement initial  $I_0$ .

Les critères financiers sont calculés. La valeur de la VAN, c'est la valeur atteinte à l'horizon de projet. Le DRI est donné lorsque la valeur de la VAN devient nulle. Le TIR est calculé sur le projet.

La résultante recherchée est pour un projet, une VAN positive et un DRI de courte durée.

Le détail des diverses étapes et des critères financiers est présenté dans le chapitre Résultats.

#### 3.8.4.3. Démarche économique suivie

Nous nous sommes mobilisés pour cerner la faisabilité technico-économique d'un procédé tel que l'évaporation sous vide. Nous allons tenter de répondre à combien est estimé le délai de retour sur investissement d'une unité par l'étude du calcul du risque. A l'aide des critères financiers décrits dans le cadre de l'étude, nous débiterons par les résultats des diverses technologies utilisées. Dans le paragraphe estimation-économique, nous aborderons l'influence des paramètres (coût d'élimination, volume de déchet,...) et l'étude du risque pour une technique. L'étude de la performance économique va décrire l'influence de chacun des paramètres pour permettre à l'industriel de prendre une décision sur l'investissement. À cet effet, nous présenterons le retour d'information de quelques cas d'exploitation du secteur industriel. Nous ferons une comparaison des divers procédés d'évaporation sous vide. Nous allons par la suite identifier les coûts qui vont donner les perspectives de l'amélioration des procédés pour diminuer à nouveau les dépenses engendrées. L'économique décrit le contexte de rentabilité et de risque du projet pour devenir le bras de levier dans l'amélioration des technologies existantes.

En résumé

---

La méthodologie de sélection intégrée passe en revue les facteurs mis en œuvre en vue d'évaluer la qualité de la phase aqueuse au rejet ou à la réutilisation, le rendement de séparation pour le transfert de matière, le comportement du fluide pour le transfert de chaleur et la rentabilité du procédé. La meilleure façon de transférer la connaissance vers le milieu industriel serait de développer une procédure conviviale adaptée au contexte de chaque PME à partir de la méthodologie établie.

---

## 4. MATÉRIEL

### 4.1. Description du procédé CMV

L'évaporateur sous vide utilisé est un matériel industriel de petite capacité 40 kg/h de type Vacudest 40, commercialisé par la société H<sub>2</sub>O.

Cet évaporateur possède une technique à compression mécanique de vapeur (CMV). Il est composé de trois éléments (cf. Figure 22) :

- une cuve d'évaporation (le bouilleur) ;
- un compresseur volumétrique de vapeur ;
- un condenseur à faisceau tubulaire immergé.

#### 4.1.1. Principe

Le principe de base de la compression mécanique de vapeur est le suivant : la vapeur d'eau provenant de l'évaporation du liquide est comprimée et sert à chauffer le fluide à traiter par transfert de sa chaleur latente de condensation dans le faisceau tubulaire. Les publications dans le domaine sont développées par les auteurs suivants [Peureux, 1997] [Gauthier, 1985] [Gauthier, 1984] [Reynaud, 1984].

La compression mécanique de vapeur permet, moyennant une faible dépense d'énergie, de valoriser la quantité d'énergie thermique importante contenue dans la vapeur « basse pression ». L'intérêt de cette technologie est l'utilisation d'une faible quantité d'énergie pour évaporer de l'eau.

L'énergie mécanique absorbée par le compresseur ne représente qu'une faible part de l'énergie thermique échangée lors de la condensation : par exemple pour le Vacudest 40 le compresseur absorbe 95 kWh par tonne d'eau évaporée, alors que cette même tonne d'eau cède environ 630 kWh lors de sa condensation à 100 °C (Chaleur latente de vaporisation de l'eau à 100°C est égale à 2257 kJ/kg).

### 4.1.2. Procédé

Le schéma de procédé en Figure 22 présente le parcours des fluides dans le Vacudest. L'entrée du système est l'alimentation de l'effluent (1), il est préchauffé par un échangeur de chaleur à tube coaxial (2), l'effluent est contenu dans le compartiment « bouilleur » de la chambre d'évaporation (3). La vapeur produite lors de l'ébullition de l'effluent passe par un séparateur de gouttes (4), avant d'être comprimée (5) par le compresseur. La vapeur surchauffée sortie du compresseur entre dans le condenseur à faisceau tubulaire vertical (6). La vidange du résidu s'effectue par la sortie (7) en fin de cycle de concentration. Le distillat, issu de la condensation de la vapeur, est ensuite évacué lors de sa production (8).

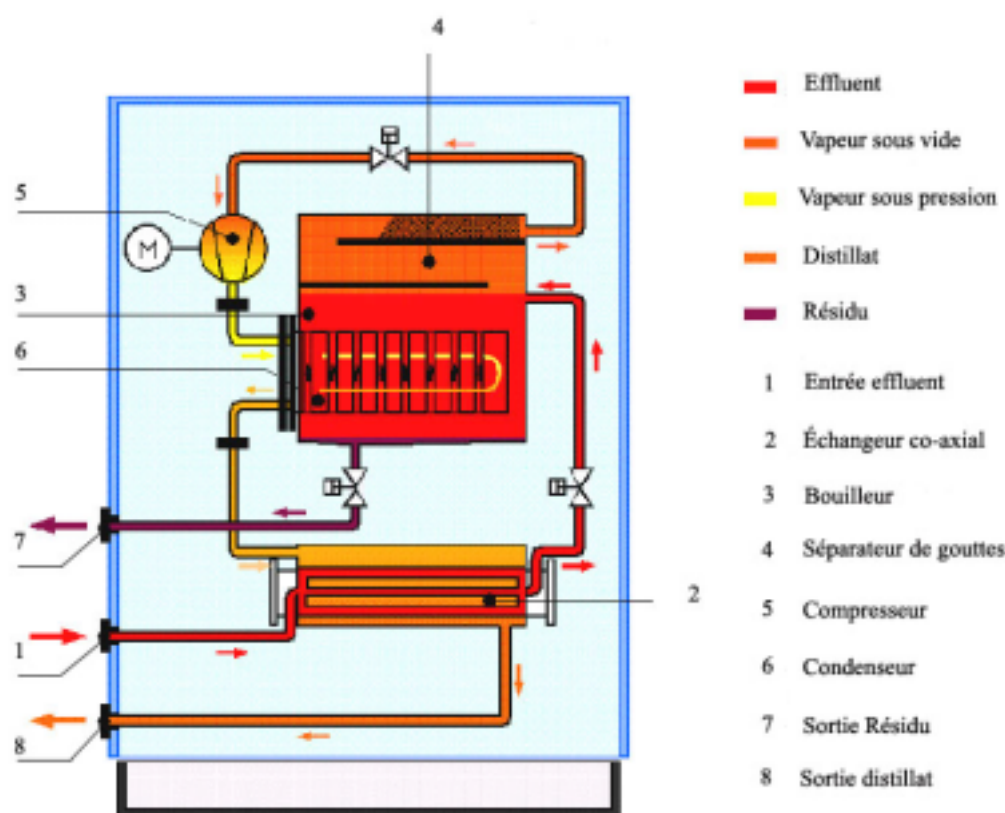


Figure 22 : Schéma de procédé (source : société H<sub>2</sub>O).

### 4.1.3. Cycle thermodynamique de l'eau

Le diagramme de Mollier [Bailly, 1971] Figure 23 permet de suivre le changement d'état de l'eau dans l'évaporation CMV. Ce diagramme représente la variation de température en fonction de l'entropie.

La définition de l'entropie permet d'évaluer la dégradation du système caractérisé par son degré de désordre (exprimée en cal/°C).

Le cycle thermodynamique de l'eau débute au point A, c'est la température ambiante 25°C de l'effluent, le segment AB ascendant vers la droite, correspond à l'échauffement de l'eau liquide de 25°C à 86°C. Le préchauffage est effectué en premier par un échangeur à tube de type coaxial, dont la température de sortie est environ 65°C et en second par le bouilleur.

Le point B correspond au liquide bouillant à la pression de travail. Au cours de la vaporisation sous vide à 600 mbar, la température demeure constante et égale à 86°C, d'où le palier BC avec augmentation d'entropie, dû au passage de l'état liquide à l'état vapeur. C'est le phénomène de changement d'état de l'eau, passage de l'état liquide à vapeur qui se produit dans le compartiment d'évaporation (cf. Figure 22(3) bouilleur et chambre d'évaporation).

Le point C correspond à la vapeur saturante qui est en équilibre avec le liquide bouillant. A partir de C, commence un nouveau segment CD, ascendant vers la droite qui correspond à la surchauffe de la vapeur produite par le compresseur volumétrique (cf. Figure 22(5)). Le point C est sur l'isobare d'aspiration du compresseur, le point D se trouve sur l'isobare de refoulement du compresseur à 1000 mbar avec une vapeur surchauffée à 120°C.

Si l'on pouvait négliger la viscosité de la vapeur, un compresseur parfait (sans fuite interne et sans échange de chaleur avec l'extérieur) permettrait de comprimer la vapeur suivant l'isentrope (verticale du diagramme). Dans la réalité, la vapeur n'est pas un fluide parfait, et le compresseur est lui aussi imparfait. Le travail réel (ou polytropique) requis pour la compression est supérieur au travail isentropique. Nous obtenons par conséquent une vapeur dans un état surchauffé de l'ordre de 120°C et non pas une vapeur saturante de 100°C à la pression de 1000 mbar.



La désurchauffe de la vapeur permet d'utiliser au maximum la surface d'échange du condenseur, pour cela nous injectons de l'eau (point E) en sortie de compresseur (la vaporisation de l'eau refroidit la vapeur surchauffée). Au point F, la vapeur change d'état et se condense sous les conditions suivantes : 1000 mbar et 100°C dans le faisceau tubulaire vertical (cf. Figure 22(6)). Au point G l'ensemble de la vapeur est condensé et le liquide entre dans l'étape de refroidissement dans la réserve de distillat. La sortie du distillat au point H s'effectue à la température de 90°C.

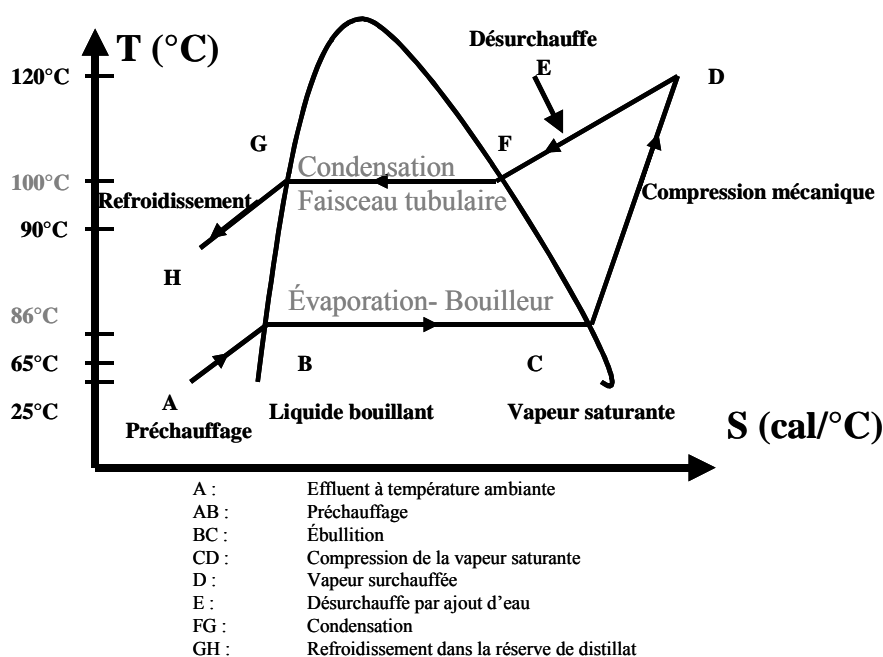


Figure 23 : Diagramme de Mollier [Bailly, 1971].

#### 4.1.4. Moyens de mesure

##### Mesure de température

Les températures sont mesurées par une sonde de type Pt100. Ces sondes ont été étalonnées et assurent une précision de l'ordre de 1°C. Les données du constructeur sur le temps de réponse en fonction du milieu sont de 1 seconde dans l'eau et 0,5 seconde dans la vapeur d'eau.

Les sondes de température sont situées aux points suivants (cf. Figure 10):

- alimentation du fluide, TI1 ;
- tube coaxial, TI2 ;
- bouilleur, TI3 ;
- de vapeur, TI4 ;
- refoulement du compresseur, TI5 ;
- sortie condenseur, TI6 ;
- réserve distillat, TI7 .

Le contrôle de la gamme de température pour les sondes est pris à 5 % par rapport à un étalonnage dans un bain d'huile.

#### Mesure de pression

Des transmetteurs de pression DMP 331 BD sensor (échelle 0-1 bar absolu et 0-1,6 bar absolu) étalonnés donnent la dépression PI1 (pression d'évaporation) et la pression au refoulement du compresseur PI2. La précision est de 1 % pleine échelle. L'effet thermique n'a pas d'influence sur la mesure dans la gamme de 0 à 70 °C.

Pour les capteurs de pression, pas d'étalonnage particulier, juste la vérification que la valeur lue est inférieure à 5 %. Les valeurs mesurées présentent un écart de 1,2 % pour la mesure de la pression d'évaporation, (de 654 mbar) et de 0,3 % pour la pression de refoulement du compresseur (à 1008 mbar).

#### Mesure de débit

Le débit mesuré est le débit distillat du Vacudest : débitmètre électromagnétique Danfoss DN6 étalonné (échelle 25,4 à 1018 l/h) ; la précision de la mesure est de 1 % du débit lu. Le certificat d'étalonnage donne 0,2 % d'erreur.

#### Variation de vitesse

Le variateur de vitesse BERGES Modèle ECP 3604-0 dont la plage de fonctionnement est comprise entre 30 et 50 Hz, donne pour la fréquence de 50 Hz, une vitesse de 3980 tr/min au lieu de 4000 tr/min.

#### Mesure de puissance

Le compteur de puissance est de marque Schlumberger, et de type A24.

## 4.2. Description du procédé PAC

### 4.2.1. Principe

L'évaporateur sous vide, modèle E700 de la société Led Italia utilisé dans le cadre de nos travaux de recherche est un matériel industriel de faible capacité de traitement (30 l/h). Cet évaporateur sous vide fonctionne grâce à une technique de type Pompe À Chaleur (PAC).

Le principe d'une PAC est un transfert d'énergie, d'une source froide vers une source chaude par l'intermédiaire des différentes transformations subies par un fluide frigorigène R22 chloro-difluoro méthane de formule chimique  $\text{CHClF}_2$  :

- dans l'évaporateur, le frigorigène se vaporise à basse pression et puise de la chaleur à la source froide ;
- le compresseur comprime le frigorigène à l'état gazeux pour l'amener à un niveau de pression tel que la température de saturation correspondante soit plus élevée que celle du fluide à chauffer ;
- dans le condenseur, le frigorigène passe de l'état gazeux à l'état liquide fournissant ainsi la chaleur de condensation à la source chaude ;
- le détendeur fait chuter la pression du liquide pour l'amener à la pression d'évaporation.

### 4.2.2. Procédé

Le pilote E700 utilisé est un évaporateur concentrateur qui exploite l'effet combiné de la technologie du vide et de la pompe à chaleur, pour réaliser à basse température l'évaporation de l'eau.

Le schéma de procédé est présenté en Figure 22. La pompe à chaleur effectue, par l'intermédiaire d'un circuit frigorifique, la compression K01 et la détente du réfrigérant (TV01 et TV02), elles fournissent respectivement aussi bien les calories nécessaires à l'évaporation du liquide que les frigories nécessaires à la condensation des vapeurs. L'effluent circule en boucle sur la chambre d'évaporation grâce à la pompe G02. L'échange thermique se produit dans un échangeur de chaleur multitubulaire E01 placé à l'extérieur de la chambre d'évaporation, la condensation des vapeurs a lieu dans l'échangeur de chaleur à serpentin E03.

L'ébullition de l'eau se produit à une température de 36°C sous une pression d'environ 58 mbar.

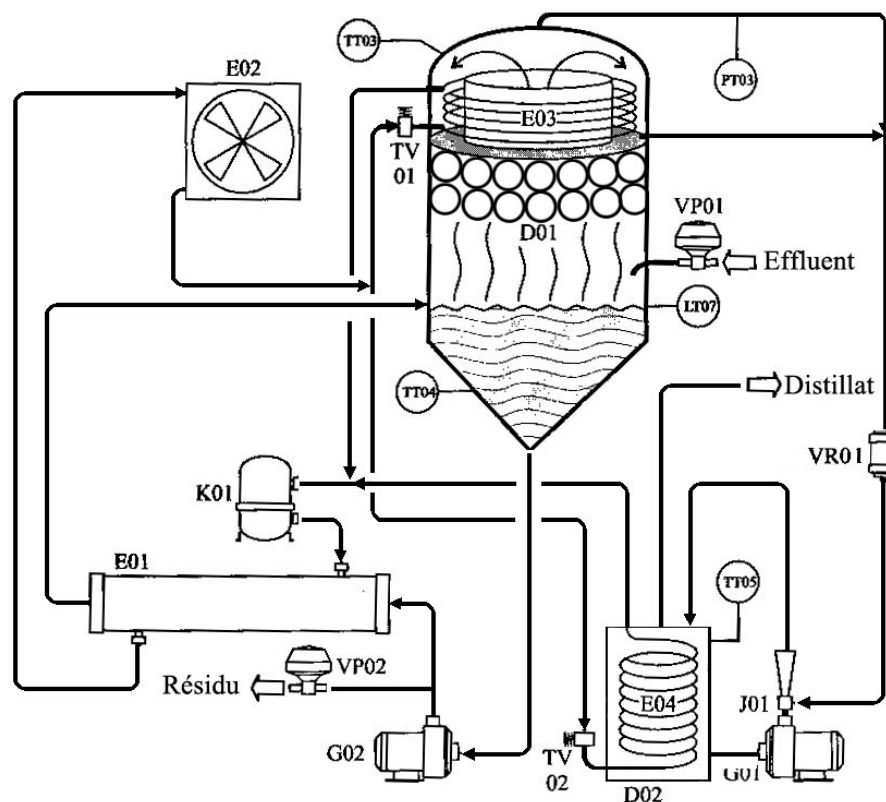
La chaleur excédentaire est dispersée par l'échangeur de chaleur de type aérotherme E02.

Une dépression est produite par les éléments suivants : une pompe centrifuge G01, un éjecteur J01 et le réservoir de réception du distillat D02.

Le distillat, prélevé du réservoir de réception D02, est envoyé à l'éjecteur J01 par la pompe G01 pour créer la dépression dans la chambre d'évaporation D01. La variation de pression produite par l'éjecteur de type Venturi permet d'extraire le distillat condensé dans E03. Le réservoir de réception du distillat est muni d'un serpentin dans lequel circule le réfrigérant E04. Le serpentin est utilisé pour refroidir le distillat jusqu'à 25 °C afin d'améliorer le rendement de l'éjecteur (la température élevée favorise la création de bulles d'air sur la roue de la pompe, c'est le phénomène de cavitation) et permettre de dissoudre à nouveau les gaz incondensables tel que l'air.

L'alimentation de l'effluent de procédé, comme l'évacuation du résidu, s'effectue respectivement par les vannes pneumatiques VP01 et VP02. L'ouverture et la fermeture de la vanne d'alimentation sont pilotées par un contrôle de niveau LT07 situé dans la chambre d'évaporation. L'évaporation de l'eau s'effectue à niveau constant de liquide dans le bouilleur. L'ouverture de la vanne d'évacuation du résidu (effluent concentré) est gérée par une temporisation.

L'évaporation dans la chambre est du type « flash ». Dans ce procédé, l'évaporation est obtenue par détente du liquide. Le liquide introduit dans l'enceinte est à une température supérieure à la température de saturation. Ce liquide a tendance à s'évaporer dès son introduction dans l'enceinte. Cette auto-vaporisation est appelée « flash » compte tenu de son caractère rapide et violent.



**Figure 24 : Schéma de procédé (source : Led Italia).**

### 4.2.3. Cycle thermodynamique du fréon

Le cycle thermodynamique de la pompe à chaleur [Blanc-Féraud, 1981] [Le Goff, 1981] est représenté par le cycle du fréon sur la Figure 25 qui décrit la température en fonction de l'entropie. L'évaporation et la condensation de l'eau s'effectue de manière isotherme à 36°C sous la pression de 58 mbar.

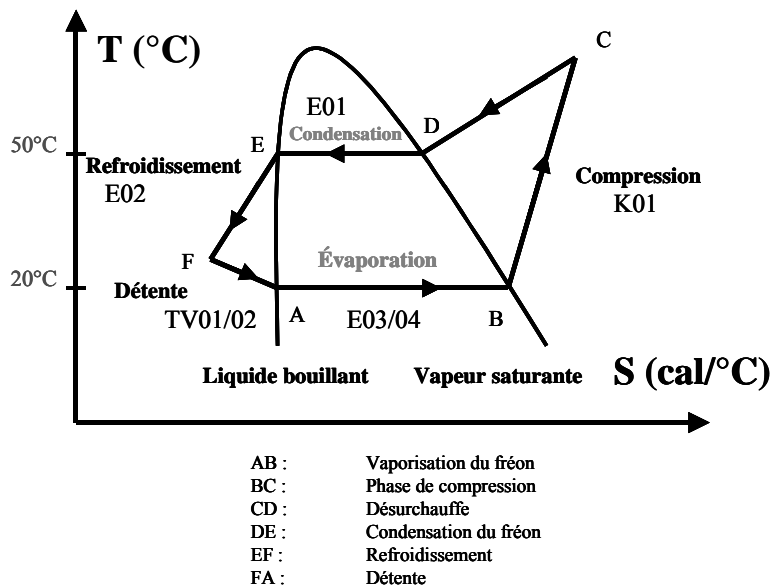


Figure 25 : Cycle du fréon [Le Goff, 1981].

Les températures de saturation du fréon sont présentes dans le cycle thermodynamique pour le mécanisme d'évaporation et condensation.

Le cycle thermodynamique du frigorigène R22 débute au point A, la vaporisation du fluide s'effectue sur le palier AB, à la température de saturation de 20°C et 9,4 bars. C'est la source froide de l'échange entre le cycle fréon et l'effluent à traiter. Les frigories sont amenées au condenseur de vapeur E03 et à la réserve de distillat E04.

Le point B correspond à la vapeur saturante du frigorigène R22 qui est en équilibre avec le liquide bouillant. A partir de B, commence un segment BC, ascendant vers la droite, qui correspond à la surchauffe de la vapeur produite par le compresseur de fréon K01. Le point B est sur l'isobare d'aspiration du compresseur à 9,4 bars, le point C se trouve sur l'isobare de refoulement du compresseur à 20 bars (en vapeur surchauffée à 80°C). La compression ne suit pas l'isentrope (verticale du diagramme) à partir de B puisque la vapeur n'est pas un fluide parfait.

La vapeur au refoulement du compresseur est dans un état surchauffé, de l'ordre de 80°C et non pas une vapeur saturante de 50°C en équilibre avec la pression de 20 bars.

Dans la partie CD, c'est la désurchauffe de la vapeur du fréon R22 qui débute dans l'échangeur multitubulaire. Le palier DE représente la condensation du frigorigène. Les calories sont ainsi amenées dans l'échangeur multitubulaire E01, côté extérieur des tubes (source chaude).

La partie EF est le refroidissement du liquide, la chaleur est dissipée par une réfrigération au moyen d'air (échangeur aérotherme E02). La détente est effectuée en FA sur le liquide à l'aide des détendeurs TV01 et TV02, dans le but de faire décroître la température (ainsi que la pression) et permettre de boucler le cycle.

#### **4.2.4. Moyens de mesure**

L'instrumentation de capteurs est spécifiquement disposée sur l'appareillage pour permettre la lecture des températures et des pressions en divers points des circuits respectifs de fréon et de l'effluent. Le compteur de puissance et le débitmètre vont donner les résultats, lors des divers essais.

##### Mesure de température

Les températures sont mesurées par des sondes Pt100 en Platine. Ces sondes ont été étalonnées et assurent une précision de l'ordre de 1°C.

Les sondes de température sont situées aux points suivants (cf. Figure 24) :

- bouilleur TT04 ;
- chambre d'évaporation TT03 ;
- aspiration du compresseur frigorifique ;
- refoulement du compresseur frigorifique ;
- réserve distillat TT05.

##### Mesure de pression

Un transmetteur de pression ATM (échelle 0-1 bar absolu) étalonné donne la dépression dans la chambre d'évaporation. La précision est de 1 % pleine échelle. L'effet thermique de dérive est absent dans la gamme de 0 à 70 °C.

Deux transmetteurs Huba control (échelle 0-25 bars) sont installés pour les mesures à l'aspiration et le refoulement du compresseur sur le circuit de fréon.

##### Mesure de débit

Le débit mesuré est le débit d'alimentation : débitmètre électromagnétique Danfoss Magflow 2500 DN6 étalonné (échelle 25,4 à 1018 l/h) ; la précision de la mesure est de 1 % du débit lu.

##### Mesure de puissance

Le compteur de puissance est de marque Schlumberger, et de type A24.

## 4.3. Description du procédé TPC

### 4.3.1. Description de la boucle Cannelle TPC

L'ensemble des circuits est représenté sur la Figure 26. L'installation comprend trois circuits procédés principaux, y compris l'évaporateur TPC, qui constituent une boucle d'essais en circuit fermé ou en circuit ouvert.

#### 4.3.1.1. Circuit alimentation de l'évaporateur TPC

Cette partie est située au niveau 0 de l'installation, repère 1.

Le circuit d'alimentation conditionne le mélange à évaporer afin d'alimenter le TPC à débit et températures contrôlées. Il comprend une capacité tampon de 180 litres utiles dans laquelle est stocké le mélange à évaporer. Une pompe injecte le mélange dans la partie inférieure du TPC. Au préalable, le mélange est légèrement sous-refroidi afin d'éviter les problèmes de cavitation dans la pompe puis, après mesure et régulation du débit, il est réchauffé dans un réchauffeur électrique à plaques de 30 kW (modulables de 0 à 30 kW par sauts sur 6 tranches de 5 kW). La température du mélange est régulée à la consigne voulue par action sur le débit d'eau industrielle qui alimente le sous-refroidisseur situé en amont de la pompe de circulation.

Une soupape de décharge tarée à 1,1 bar relatif est placée sur la capacité tampon. En cas de surpression accidentelle et de défaillance des régulations et sécurités, elle permet d'évacuer le fluide procédé hors de l'installation.

#### 4.3.1.2. Principe

Nous présentons le principe de l'évaporateur TPC et son alimentation électrique.

Le TPC chauffe le fluide à évaporer par effet Joule : la mise en potentiel du tube assure le passage d'un courant important dans le métal qui s'échauffe en dissipant une puissance thermique égale à la loi :

$$P = R.I^2$$

Avec :

P : puissance thermique, (W)

R : résistance électrique du tube, ( $\Omega$ )

I : intensité du courant, (A)

Cette puissance est transmise au fluide qui circule dans le tube. L'échange à flux de chaleur imposé permet de fixer l'écart de température entre la paroi et le fluide, cet écart reste constant tout le long de l'échangeur.

Les références bibliographiques sont [Terral, 1998] [Bricard, 1997] [Terral, 1997] [Greth, 1997] [Bonneau, 1994] [Heat Atals, 1993].

Le TPC est situé aux niveaux 1 et 2, repères 4 et 5.

L'évaporateur TPC est monté sur un châssis et il est maintenu par les 4 connexions appuyées sur de la permalite. Les câbles sont guidés et maintenus par des colliers évitant les porte-à-faux. Le schéma électrique correspond à un branchement en triphasé, en triangle. Le tube est donc divisé en trois zones constituant trois résistances électriques branchées entre les trois phases. Du fait de la géométrie et de la puissance nominale désirée (60 kVA), les caractéristiques électriques de l'installation sont 10 V entre phases et 4 000 A par phase. Les câbles véhiculant les 4 000 A sont en cuivre de section de 240 mm<sup>2</sup> et de 4 m de longueur. Ils sont refroidis en permanence par un courant d'eau. La puissance électrique est ajustée par un gradateur (en 380 V) qui agit sur l'angle de phase ( $\cos \varphi$ ) de l'ensemble. Ensuite, la tension est abaissée à 10 V entre phases par un transformateur triphasé. Le primaire est monté en triangle, le secondaire est laissé libre pour différents montages (par défaut : étoile avec neutre).

### Raccordement électrique

Le montage électrique est en triangle sur le TPC. Les quatre connexions sont reliées aux trois phases. De manière à éviter toute fuite de courant par les tuyauteries et pour simplifier la mise en œuvre, les deux extrémités du tube reliées à la même phase sont raccordées à la terre. Le montage en étoile de l'enroulement secondaire du transformateur s'effectue sur 3 des 6 connexions de sortie, avec création d'un neutre.

#### 4.3.1.3. Circuit de retour du jus concentré

Il est situé entre les niveaux 2 et 0, repères 2 et 7.

Le fluide à évaporer se vaporise partiellement (en fonction de la puissance apportée) dans le TPC. Il sort donc un mélange de vapeur et de liquide non évaporé. Ce mélange est séparé dans un séparateur cyclone (niveau 2, repère 7). Le liquide revient par gravité au niveau 0, dans une capacité de collecte. Une pompe d'extraction permet au liquide de retourner vers le réservoir tampon principal, à travers un débitmètre qui quantifie ce débit. L'ensemble capacité, pompe et débitmètre correspond au repère 2. En cas de fonctionnement en circuit ouvert, l'extraction peut être continue si le débit le permet ou discontinue et manuelle pour les petits débits.



#### 4.3.1.4. Circuit de retour du condensat de la vapeur produite

Il est situé entre les niveaux 2 et 0, repères 3 et 8.

La vapeur produite, séparée du liquide non évaporé par le séparateur cyclone 7 intégrant un filtre dévésiculeur, est condensée par le condenseur sous vide 8 situé au niveau 2. Le condensat regagne gravitairement le niveau 0 où il est collecté dans une capacité. Une pompe fait le transfert vers le réservoir tampon avec une mesure du débit. L'ensemble capacité, pompe et débitmètre correspond au repère 3. Dans le cas d'un fonctionnement en circuit ouvert, le condensat est extrait en continu par la même pompe qui refoule dans une bache de collecte. Dans le cas contraire, les deux débits (liquide non évaporé et retour de condensat) sont mélangés au niveau du réservoir tampon principal, ce qui permet de reconstituer la composition initiale du mélange et d'assurer un régime permanent en boucle fermée.

#### 4.3.1.5. Circuit de vide

Il correspond au repère 6, niveau 1.

Afin d'évaporer le mélange à concentrer à une température modérée, il peut être nécessaire d'opérer sous vide. Pour cela, une pompe à vide à anneau d'eau maintient le vide au condenseur 8 qui est le point le plus froid de l'installation. C'est à ce point que les incondensables, constitués par les entrées d'air parasites du circuit, sont piégés et évacués. Si l'étanchéité absolue du circuit au vide pouvait être garantie, il suffirait de mettre l'installation sous vide au premier démarrage pour évacuer l'air du circuit, puis de l'isoler de l'atmosphère. Afin d'assurer son refroidissement pour maintenir ses performances, l'anneau d'eau de la pompe est alimenté par de l'eau industrielle rejetée en boucle ouverte à l'égout.

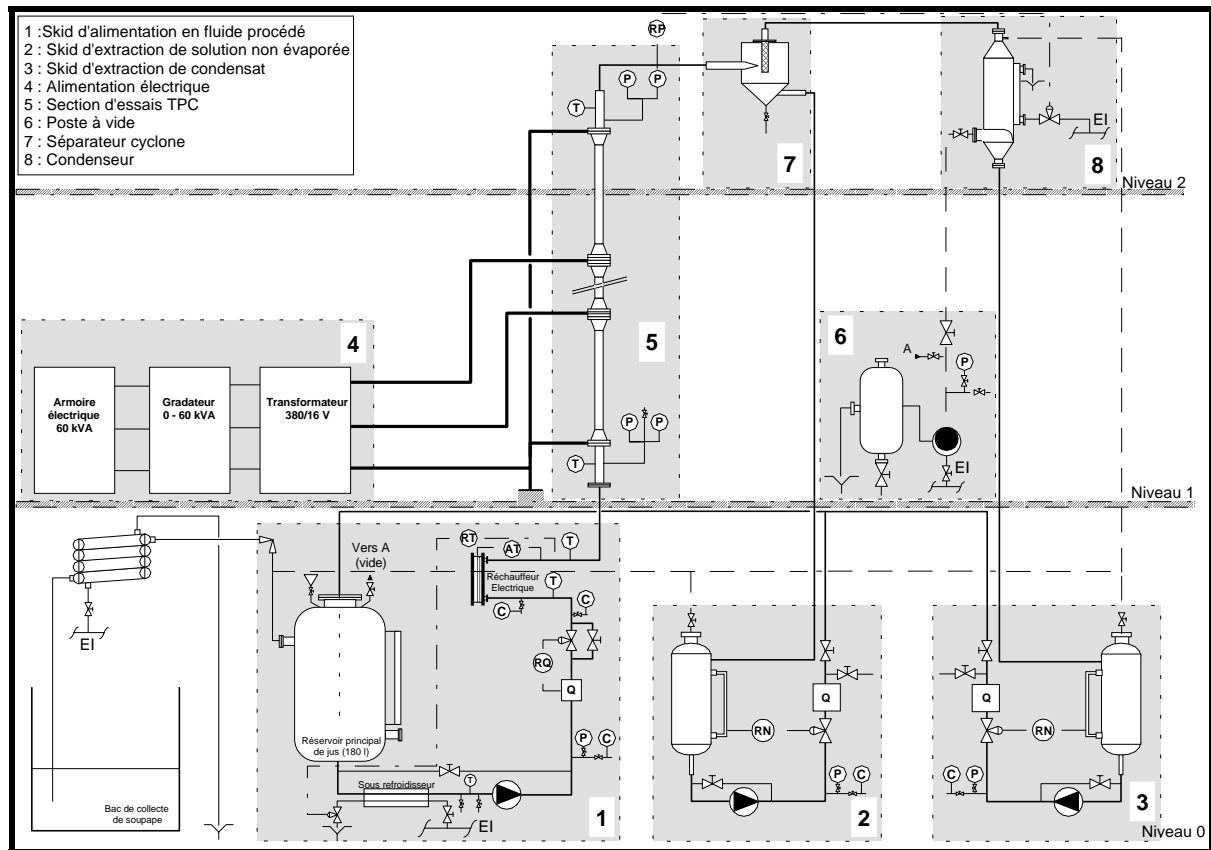


Figure 26: Installation Cannelle TPC (source : GRETh).

Légende :

- P : mesure de pression
- T : mesure de température
- C : port d'échantillonnage
- Q : mesure de débit
- EI : eau industrielle
- RN : régulation de niveau
- RT : régulation de température
- AT : alarme de température
- RQ : régulation de débit

### 4.3.2. Circuit expérimental Tube à Passage de Courant

Le tube à passage de courant est constitué d'un tube en Inconel 600 de 20,54 mm de diamètre intérieur et de 2,88 mm d'épaisseur. Il comporte trois tronçons de 633 mm de longueur. Il est alimenté en triphasé par un montage en triangle, chacun des tronçons correspond à une phase ; l'alimentation électrique des deux extrémités du tube est reliée au même point (cf. Figure 26, repère 5). Le courant est amené sur le tube par des tresses en cuivre refroidies par une circulation d'eau. Des sockets en acier inoxydable, soudés sur le tube, assurent la continuité électrique. Ces sockets sont eux-mêmes refroidis par des semelles en cuivre parcourues par de l'eau froide.

### 4.3.3. Moyens de mesure

Un grand nombre de capteurs de mesures sont présents sur l'installation. Certains, qui permettent la conduite de l'ensemble, ne seront pas détaillés. On s'intéressera uniquement à ceux qui permettent d'obtenir les informations sur le fonctionnement du TPC.

#### Mesure de température

Les températures sont mesurées par des sondes Pt100. Dans les deux cas, ces sondes ont été étalonnées et assurent une précision sur la mesure de l'ordre de 0,1 à 0,2°C.

Les sondes importantes sont situées aux points suivants :

- température jus entrée TPC (permet de contrôler le sous-refroidissement à l'entrée du TPC) ;
- température jus sortie TPC;
- températures de paroi externe (TP1, TP2, TP3 et TP4) situées au début du premier tronçon et à la fin des trois tronçons chauffants du TPC. Les consignes de sécurité sont calées à environ 200°C (pour éviter la surchauffe de la paroi).

Ces sondes sont des thermocouples brasés sur la paroi.

- températures du jus dans le TPC (TF2, TF3 et TF4) situées à la fin des trois tronçons chauffants.

#### Mesure de pression

Des transmetteurs de pression (échelle 0-4 bar absolu) étalonnés en usine donnent la pression à l'entrée et à la sortie du TPC.

#### Mesure de débit

Le débit mesuré est le débit de jus qui alimente le TPC par un débitmètre électromagnétique Danfoss Magflow 2500 DN 25 étalonné en usine (échelle 0-900 l/h) ; la précision de la mesure est de 1 % du débit lu.

## 4.4. Description de la technique membranaire d'UF

### 4.4.1. Principe

#### 4.4.1.1. Définition

L'ultrafiltration est une opération unitaire qui permet de séparer à l'échelle microscopique un mélange par perméation à travers une membrane poreuse sous l'action d'un gradient de pression [Bouchard, 2000]. La surpression appliquée est en général inférieure à 5 bars. Sous l'influence de cette pression, le solvant et certains solutés traversent la membrane (perméat). Les autres solutés dont l'encombrement stérique est plus important sont retenus et concentrés par la membrane (rétentat).

Le pouvoir de séparation de la membrane dépend de sa structure poreuse et de la nature du matériau membranaire [Bouchard, 2000].

L'application se trouve limitée par le phénomène de polarisation de concentration et le colmatage de la membrane. L'hydrodynamique de l'écoulement dans la filtration tangentielle permet de diminuer le mécanisme de colmatage par « balayage » de la surface membranaire. La Figure 27 illustre le principe du procédé [Brun, 1989].

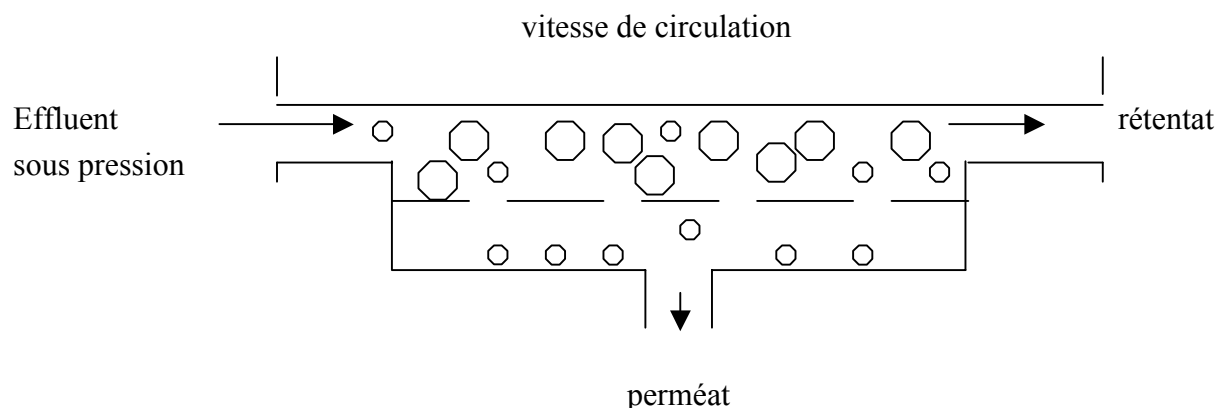


Figure 27 : Principe de l'ultrafiltration tangentielle [Brun, 1989].

#### 4.4.1.2. Phénomène de polarisation

Le phénomène de polarisation de concentration limite les performances de la filtration membranaire [Taylor, 1999].

Le solvant traverse la membrane (transport de type convection) alors que le soluté est retenu. Cela entraîne une accumulation de ce dernier à proximité de la surface de la membrane. La concentration au voisinage de la membrane ( $C_M$ ) est plus grande que la concentration dans le cœur de l'écoulement ( $C_B$ ). Ce mécanisme décrit par la Figure 28 est appelé polarisation de concentration.

L'écoulement tangentiel favorise le rétro-transport de type diffusion (de la surface vers le cœur de l'écoulement).

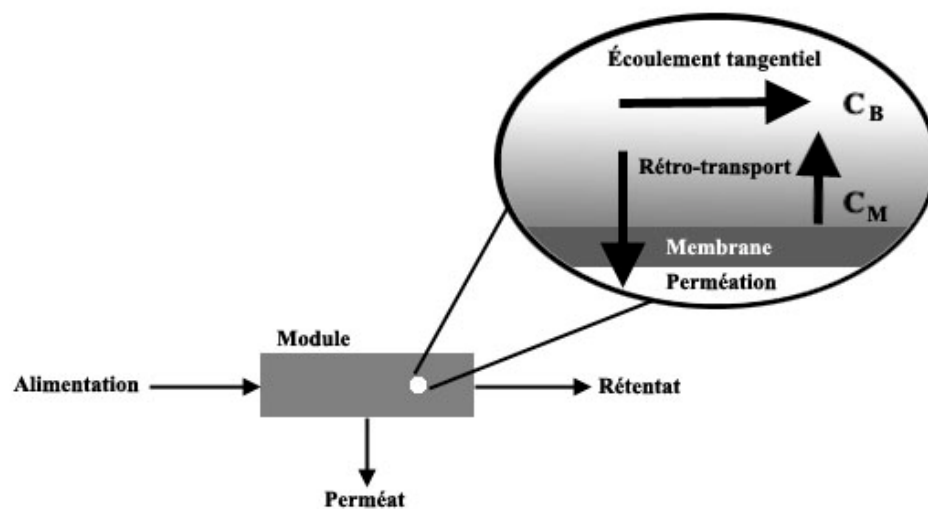


Figure 28 : Module et processus de transport [Bouchard, 2000].

De manière générale, la polarisation de concentration dépend de [Bouchard, 2000] [Taylor, 1999] :

- la vitesse de perméation ;
- la mobilité des particules qui est fonction de leurs caractéristiques (taille, forme) et la viscosité du fluide ;
- l'écoulement hydrodynamique à proximité de la membrane.

Les conséquences du phénomène sont :

- la diminution du débit de perméat ;
- la variation de la sélectivité de la membrane ;
- le colmatage dû à des précipitations ou à des formations de gel.

La polarisation de concentration est importante quand le rapport  $C_M/C_B$  est élevé, ce qui a pour effet de réduire le débit de perméat [Taylor, 1999].

#### 4.4.1.3. Colmatage des membranes

Le colmatage d'une membrane est le dépôt de particules sur sa surface (en particulier à l'entrée des pores) et à l'intérieur de ses pores, ce qui provoque une réduction de sa perméabilité et une variation de son pouvoir de séparation [Bouchard, 2000].

Les principaux colmatages sont :

- attachement de micro-organismes ;
- formation de précipités ;
- adsorption de molécules organiques.

L'augmentation de la concentration en particules, à proximité de la membrane, (polarisation de concentration) favorise grandement le colmatage en déplaçant les équilibres de précipitation et d'adsorption [Bouchard, 2000].

Le colmatage est généralement considéré comme un phénomène irréversible, puisque la perméabilité de la membrane ne revient pas à son niveau initial. La concentration de polarisation est au contraire un phénomène réversible, elle cesse lors de l'arrêt des conditions opératoires de filtration.

Différents produits chimiques sont utilisés pour nettoyer la membrane : solution basique pour l'enlèvement de la matière organique et solution acide pour les dépôts inorganiques. Les solutions nettoyantes doivent être adaptées à la nature du matériau (limites de pH et température).

#### 4.4.2. Procédé

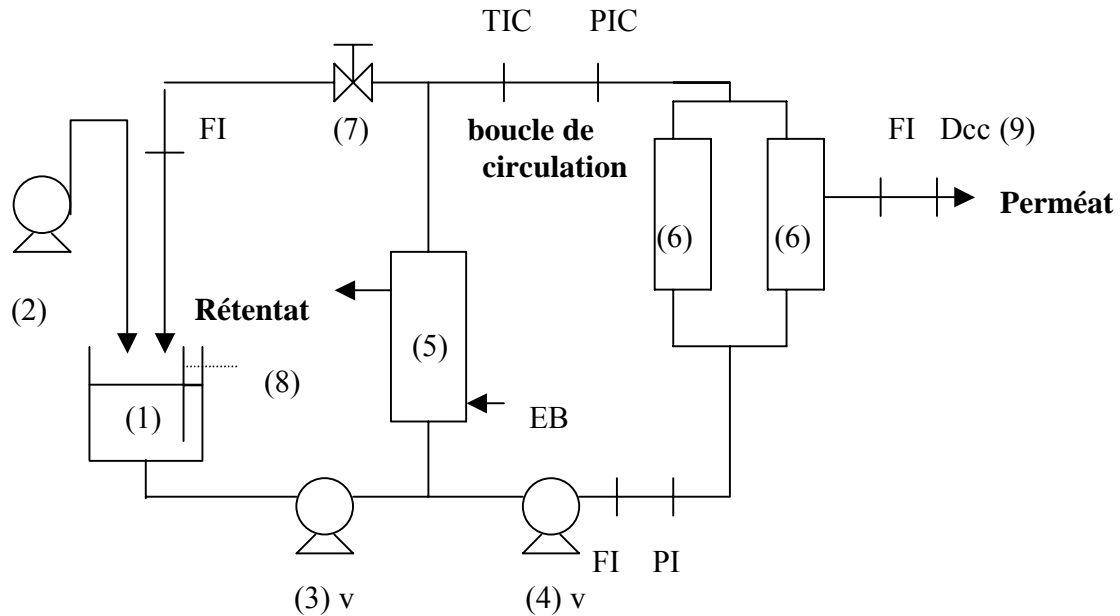
##### 4.4.2.1. Pilote d'ultrafiltration tangentielle

Le schéma de procédé du pilote d'ultrafiltration tangentielle est représenté sur la Figure 29.

Le pilote d'ultrafiltration comprend un réservoir d'alimentation d'une capacité de 50 l [1], une pompe centrifuge d'alimentation [2], une pompe volumétrique de mise sous pression du circuit [3], une pompe centrifuge de circulation [4], un circuit de refroidissement [5], deux modules d'ultrafiltration [6], une vanne de contre-pression [7], une thermorésistance [8] et un décolmateur à contre-courant [9].

La pression transmembranaire est définie comme la moyenne de pression d'entrée et de sortie du module.

Le décolmatage se fait à contre-courant, en sens inverse de la circulation du perméat au travers de la membrane céramique d'ultrafiltration.



**Figure 29 : Pilote d'ultrafiltration.**

Légende :

v :	variateur de vitesse	(1) :	bac de lancement
FI :	mesure de débit	(2) :	pompe centrifuge d'alimentation
PI :	mesure de pression	(3) :	pompe à vis queue de cochon
TIC :	régulateur de température	(4) :	pompe centrifuge de circulation
PIC :	régulateur de pression	(5) :	échangeur de chaleur co-axial
EB :	eau brute	(6) :	module d'ultrafiltration
		(7) :	vanne de contre-pression
		(8) :	thermorésistance
		(9) :	décolmateur à contre-courant

#### 4.4.2.2. Régulations

Au niveau du pilote d'ultrafiltration, deux types de régulations sont mis en jeu :

##### Régulation de température

La circulation du fluide de refroidissement dans l'échangeur coaxial permet de diminuer la température du fluide. Un thermocouple (thermoplongeur amovible vertical), situé au niveau de la boucle, permet de contrôler la température et d'agir sur l'ouverture ou la fermeture du débit d'eau brute.

Un thermoplongeur placé dans le bac d'alimentation permet d'augmenter la température du fluide.

##### Régulation de pression

Une régulation de la pression, en sortie du module d'ultrafiltration, permet de conserver une pression transmembranaire constante par l'ouverture ou la fermeture de la vanne de contre-pression [7] (pression maximale 4 bars).

Notons qu'avant la réalisation des essais, une vérification des débits à l'eau est recommandée afin de s'assurer que les membranes ne sont pas colmatées. Un dégazage de l'installation est nécessaire afin de chasser les bulles d'air qui pourraient être présentes dans le pilote et rendraient toute mesure de débit incorrecte.

#### 4.4.2.3. Paramètres de fonctionnement

Les paramètres de fonctionnement mesurés en continu sur l'installation d'ultrafiltration sont les suivants :

- débit de perméat (l/h) et volume de perméat traité (l) ;
- débit de rétentat (l/h) ;
- débit de circulation (m<sup>3</sup>/h) ;
- pressions entrée et sortie des modules d'ultrafiltration (bars) ;
- température du fluide circulant dans la boucle (°C) ;
- vitesses des pompes volumétrique et centrifuge .

La vitesse de perméation **V<sub>p</sub>** (l/h.m<sup>2</sup>) est le paramètre calculé du débit de perméat ramené par unité de surface membranaire.



#### 4.4.2.4. Facteur de concentration volumique

En faisant l'hypothèse que la concentration de l'effluent traité est la même dans le bac d'alimentation que dans la boucle de circulation, nous pouvons définir le facteur de concentration volumique (FCV), comme le rapport entre le volume d'effluent et le volume de concentrat (cf. Équation 29).

$$FCV = \frac{\text{volume d'effluent traité (l)}}{\text{volume de concentrat (l)}}$$

**Équation 29 : FCV.**

Le volume d'effluent traité est égal à la somme du volume de perméat cumulé, du volume mort de l'installation et du volume du bac de lancement.

Le volume de concentrat est égal à la somme du volume mort et du volume de fluide contenu dans le bac de lancement.

Le volume mort de l'installation d'ultrafiltration a été estimée à 13 litres.

#### 4.4.3. Membrane

Les essais d'ultrafiltration ont été réalisés sur la membrane minérale. La membrane minérale que nous avons utilisée a été élaborée par la société SCT et est de type Z Membralox. Elle est constituée d'une couche filtrante en oxyde de zirconium dont le diamètre des pores de la membrane est de 50 nm. Sa géométrie est multitubulaire de forme hexagonale.

Les caractéristiques de la membrane sont données par le Tableau 6.

**Tableau 6 : Caractéristiques de la membrane minérale en UF.**

Pression maximum appliquée	20 bars
Gamme de pH	0 à 14
Température maximum appliquée	300°C
Volume poreux	60 %
Surface membranaire	0,2 m <sup>2</sup>

## 5. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

### 5.1. Les fluides utilisés

En premier lieu, nous présentons l'eau de ville de Saint-Etienne et en particulier la vitesse de dépôt du tartre en fonction de la température. En second lieu, nous faisons la caractérisation d'un fluide de coupe de type micro-émulsion pour déterminer son état de dégradation. En troisième lieu, nous présentons les résultats des fluides de coupe utilisés.

#### 5.1.1. Eau de ville de Saint-Etienne

Nous allons présenter l'application du calcul de la cinétique d'entartrage en fonction de l'eau de ville. Le Tableau 7 donne un exemple de composition de l'eau pour la ville de Saint-Etienne [Laboratoire Municipal, 1999]. Son pH est de l'ordre de 7,6.

Tableau 7 : Composition de l'eau de ville Saint-Etienne [Laboratoire Municipal, 1999].

Cations ppm						
$\text{Ca}^{2+}$	$\text{Mg}^{2+}$	$\text{Na}^+$	$\text{K}^+$	$\text{Al}^{3+}$	$\text{NH}_4^+$	$\text{Fe}^{3+}$
32	1.5	6	1	0.1	< 0.1	< 0.05

Anions ppm					
$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{HCO}_3^-$	$\text{Cl}^-$	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{NO}_3^-$	$\text{NO}_2^-$
0	96	10	12	5	< 0.02

Pour l'analyse d'eau du Tableau 7, on tire le calcul de l'indice de Langelier dans le Tableau 8, d'après la Figure 14.

Tableau 8 : Calcul de l'indice de Langelier.

$[\text{Ca}^{2+}]$ soit $\text{CaCO}_3$ ppm	$[\text{HCO}_3^-]$ soit $\text{CaCO}_3$ ppm	[sels dissous] ppm	pH
32    80	96    157	164	7,6

Note : Les concentrations en  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{HCO}_3^-$  sont ramenées en  $\text{CaCO}_3$ .

Température °C	pCa	palk	pC	pHs (pCa + palk + pC)	Indice Langelier (pH-pHs)	Caractère entartrant
20	3,1	2,5	2,22	7,82	~ -0,22	~neutre
40	3,1	2,5	1,88	7,48	0,12	légèrement incrustant
60	3,1	2,5	1,52	7,12	0,48	légèrement incrustant
90	3,1	2,5	1,12	6,72	0,88	incrustant

Note : Le passage de ppm à pCa, palk et pC s'effectue par l'introduction des valeurs de concentrations en abscisse du diagramme de Langelier (cf. Figure 14).

A la température de 20°C, l'indice de Langelier est de signe négatif pour l'eau de Saint-Etienne, elle a une nature agressive et le tartre ne se formera pas. Par contre, pour des températures supérieures à 40°C, la valeur de l'indice est positive et l'eau devient incrustante. Il est à noter un ordre de grandeur de 1 pour l'indice à la température de 90°C qui confère le caractère entartrant.

La cinétique de précipitation sera d'autant plus grande que l'indice de Langelier est élevé.

La vitesse de croissance de l'épaisseur du dépôt s'exprime sous la forme de l'Équation 23. Comme ordre de grandeur, on prendra pour K une valeur voisine de 38 mm/h.(mol/l)<sup>2</sup> à 80°C et une énergie d'activation de 6,7 kcal/mol. Ces valeurs sont des approximations issues des données cinétiques [Sulmont, 1974]. La valeur de K<sub>0</sub> correspondante est donc de 0,5 10<sup>6</sup> mm/h.(mol/l)<sup>2</sup>. Le Tableau 9 présente le calcul de la vitesse de croissance en fonction de la température s'échelonnant de 20 à 90 °C.

Tableau 9 : Calcul de la vitesse de croissance.

Température °C	pH	pC	C* ppm	C-C* ppm	C-C* mol/l	K mm/h.(mol/l) <sup>2</sup>	de/dt mm/h
20	7,6	2,88	40	0	0	5	0
40	7,6	3,22	20	12	$3 \cdot 10^{-4}$	11	$1 \cdot 10^{-7}$
60	7,6	3,58	12	20	$5 \cdot 10^{-4}$	21	$5,4 \cdot 10^{-6}$
90	7,6	3,98	4	28	$7 \cdot 10^{-4}$	49	$2,4 \cdot 10^{-5}$

Ces valeurs sont à prendre avec prudence dans l'absolu. Elles dépendent fortement de la composition initiale de l'eau. Ainsi, une eau à 200 ppm de calcium (valeur pour les fluides de coupe) au lieu de 32 ppm s'entartre à raison de  $12 \cdot 10^{-4}$  mm/h à 90°C, soit 50 fois plus vite ; au bout de 1000 heures, un dépôt de 1,2 mm se sera formé. Néanmoins, ces calculs donnent sans doute un bon ordre de grandeur de la cinétique de croissance d'un dépôt de tartre et surtout de l'effet de température sur l'accroissement de vitesse de dépôt. Ainsi, la vitesse de dépôt est multipliée par 240 lorsque la température passe de 40 à 90°C. Les températures à considérer sont les températures atteintes en paroi.

Le paramètre du temps de germination n'a pas été traité. En fait, celui-ci correspond à un retard dans l'apparition des premiers cristaux, bien que toutes les conditions soient réunies pour précipiter un sel. Normalement, si le temps de séjour dans l'appareil réchauffeur est inférieur à ce temps de germination, il n'y a pas d'entartrage. En réalité, l'entartrage commence dans des zones où le temps de germination est dépassé (zones plus ou moins bien irriguées par exemple). Ensuite, l'entartrage progresse du fait de la présence de germes qui réduisent le temps de germination.

La démarche de calcul est identique pour l'eau de la ville de Grenoble avec un pH de 6,5 et de 57 ppm de calcium ; la vitesse de croissance vaut  $10^{-5}$  mm/h à 90°C. Au bout de 1000 heures avec une eau à 200 ppm de calcium au lieu de 57 ppm, nous obtiendrons un dépôt de 1,2 mm à 90 °C. Le détail du résultat est présenté en Annexe 1.

## En résumé

---

La composition de l'eau de ville et son pH permettent par la méthode développée du couplage de la thermodynamique et de la cinétique d'obtenir un ordre de grandeur sur la vitesse de dépôt du carbonate de calcium en fonction de la température. La méthode montre que sous certaines conditions, notamment la température élevée, peuvent être favorables à la cinétique d'entartrage pour les eaux de Saint-Etienne et de Grenoble. La méthode énonce que les surfaces d'échanges vont avoir tendance à s'encrasser au tartre.

---

**5.1.2. Estimation de l'état de dégradation d'un fluide de coupe**

Avant toute investigation dans le traitement, nous allons estimer l'état de dégradation d'un fluide de coupe par les méthodes déjà citées. Le récapitulatif des différentes mesures pour le fluide Condat Polybio 150 se trouve dans le Tableau 10.

**Tableau 10 : Caractéristiques d'une micro-émulsion neuve et usée.**

<b>Émulsion</b>	<b>neuve</b>	<b>usée</b>
Couleur	Blond	Brun
Teneur en bore (mg/l)	560	500
pH	9,3	9
Alcalinité (HCl 1N)	0,075	0,251
Conductivité ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )	2 000	12 020
Coupure acide (% vol.)	2,5	2
Concentration en tensio-actifs anioniques (%)	5	1,1
Bactéries aérobies (colonies/ml)	-	$10^6$

Pour le fluide neuf et usé, l'approche visuelle permet d'évaluer l'état de dégradation et de contamination du fluide par une couleur qui passe du blond au brun (passage de l'aspect opalescent à opaque).

La concentration en bore de 500 mg/l est proportionnelle à la quantité de concentré dans l'eau. Les concentrations en bore ont les mêmes valeurs. Cette concentration ne permet pas de savoir si le fluide est usé.

Le pH du fluide usé est de 9 (état voisin du fluide neuf) et sa valeur ne semble pas traduire une dégradation bactérienne.

Lors de l'usage, le pouvoir tampon du fluide a tendance à diminuer du fait de la dégradation due aux micro-organismes et à la consommation d'additifs. La réserve d'alcalinité est proportionnelle à la quantité de concentré, ce qui permet après dosage d'évaluer la concentration en pouvoir tampon du fluide en service par rapport à des concentrations connues du fluide neuf. La réserve d'alcalinité de référence pour le fluide neuf est de 0,075 N. La réserve d'alcalinité de l'émulsion utilisée est anormalement élevée (0,25 N). Cela est probablement dû à un ajout de produits basiques sur le fluide en service qui en augmente la valeur.

La conductivité augmente de 2000 à 12000  $\mu\text{S}/\text{cm}$  et cette augmentation n'est pas uniquement due aux éléments minéraux en solutions (par exemple le calcium) mais également à la présence de particules métalliques et de produits organiques chargés électriquement, augmentant ainsi la conductivité.

La coupure acide montre que la teneur en huile de l'ordre de 2 % ne varie pratiquement pas (la graduation de la fiole de mesure est de 0,1 ml).

La concentration en tensio-actifs anioniques varie de 5 à 1,1 % entre les deux fluides.

Les bactéries aérobies sont présentes dans l'émulsion utilisée ( $10^6$  colonies/ml) alors que le fluide neuf en est exempt.

## En résumé

---

Les critères mesurés donnent une indication sur la dégradation du fluide usé. Il n'est pas obligatoire que tous les paramètres mesurés soient modifiés pour décider que le fluide est usé. Il suffit qu'il y ait un ou deux critères, comme le montre l'exemple du fluide Condat. Nous constatons une augmentation de la conductivité à 12 020  $\mu\text{S}/\text{cm}$  et du nombre de colonies de bactéries aérobies/ml à  $10^6$  ainsi qu'une diminution de la concentration en tensio-actif à 1,1 %. Les critères tels que micro-organismes, pH, réserve d'alcalinité, dans certains cas la conductivité, sont couramment utilisés pour permettre d'évaluer le niveau de dégradation et de contamination du fluide en service et ainsi déterminer s'il doit être considéré comme un fluide usé.

---

**5.1.3. Caractéristiques des fluides de coupe neufs et usés**

Les caractéristiques des fluides neufs et usés utilisés sont résumées dans le Tableau 11. Les caractéristiques regroupent la DCO, le volume d'huile (coupure acide), la teneur en bore, le pH, l'alcalinité et les bactéries aérobies.

**Tableau 11 : Liste des fluides de coupe utilisés.**

<b>Critères/ Fluides neufs&amp;usés</b>	<b>Emulself G3EAB</b>		<b>Polybio 150</b>		<b>Polybio</b>		<b>Biocool 100F</b>		<b>Biocool 1400</b>	
DCO (g/l)	-	180	-	180	-	170	75	40	100	-
Coupure acide (%vol. d'huile)	3,5	3,5	2,5	2	3	3	-	-	-	-
Teneur en bore (mg/l)	500	550	560	500	550	450	250	210	260	-
pH	9,3	9,2	9,2	9	9,3	9,3	9,1	8,5	9,2	-
Alcalinité (N)	0,109	0,06	0,075	0,25	0,12	0,1	0,07	0,034	0,1	-
Bactéries Aérobies (colonies/ml)	exempt	$10^6$	exempt	$10^6$	exempt	$10^6$	exempt	$10^8$	exempt	-

(-) non mesuré

Le Tableau 11 présente la liste des fluides utilisés, dont trois fluides de type micro-émulsion et deux fluides de type solution. La contamination du fluide usé s'étudie par rapport au fluide neuf de référence. La DCO d'un fluide usé est importante de l'ordre de 180 g/l pour les fluides de type micro-émulsion. Elle est nettement plus faible pour les fluides de type solution (75 g/l). La méthode de coupure acide montre l'importance du pourcentage volumique en huile qui est dans le même ordre de grandeur pour le fluide neuf ou usé. La mesure de la teneur en bore présente des variations de 10 % entre les fluides. Le pH a tendance à diminuer vers des valeurs inférieures à 9. De façon générale, la mesure de l'alcalinité diminue sur une majorité de fluides. Par contre, la présence de bactéries est importante ( $10^6$  colonies/ml) lorsque le fluide est usé.

#### En résumé

---

Les critères principaux qui permettent d'évaluer le niveau de dégradation sont la DCO, les bactéries aérobies, le pH et la réserve d'alcalinité. Par contre, les mesures du pourcentage d'huile et de la teneur en bore semblent utiles pour prédire éventuellement le facteur de concentration des évaporateurs comme nous le vérifierons dans le chapitre discussion.

---



## 5.2. CMV

### 5.2.1. Performance à l'eau

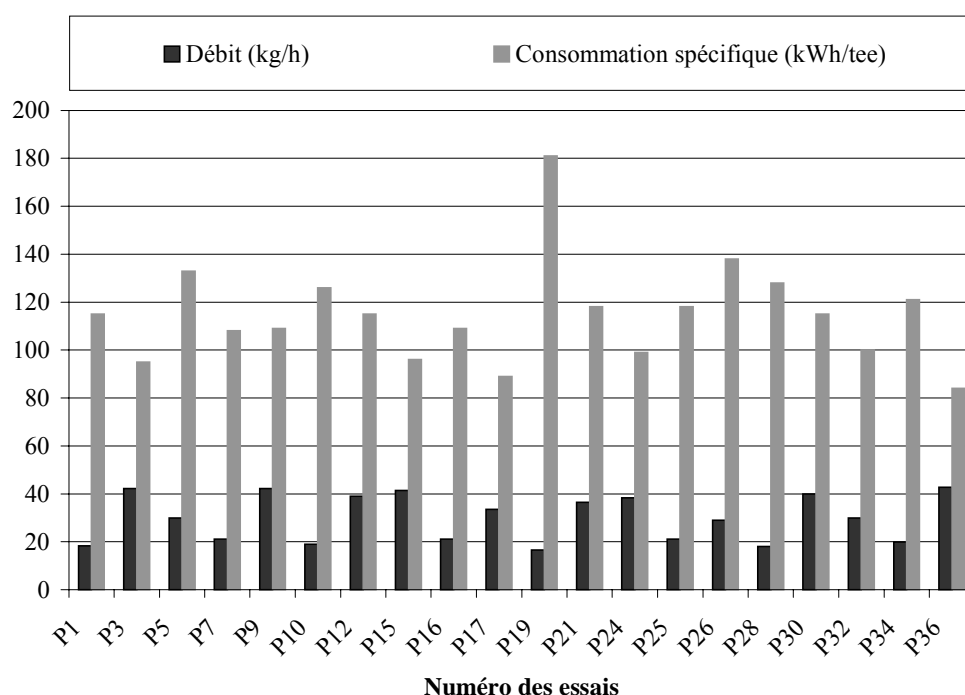
#### 5.2.1.1. Nouvelle surface d'échange

Au début des essais, le Vacudest possédait un échangeur tubulaire horizontal de  $0,7 \text{ m}^2$  de surface. Pour faciliter le nettoyage de l'échangeur, un nouveau modèle a été réalisé, avec un faisceau vertical dont la surface d'échange a été amenée à  $1 \text{ m}^2$ .

Cette modification s'est traduite par une augmentation de la capacité de production en eau qui est passée de  $33 \text{ kg/h}$  à  $42 \text{ kg/h}$ , soit un gain de  $22 \%$  pour une consommation électrique identique de  $4 \text{ kW}$ . L'augmentation du débit s'est effectuée par l'action sur le paramètre de contrôle du procédé d'évaporation, la surface d'échange.

#### 5.2.1.2. Plan d'expérience à l'eau

Cette matrice permet d'avoir une vision du domaine expérimental de la zone de fonctionnement pour une vingtaine d'essais. Pour ces diverses conditions opératoires, réalisées sur une période de 12 heures, nous mesurons le débit de distillat et la consommation électrique. Ces deux valeurs permettent de calculer la consommation spécifique en kWh pour une tonne d'eau évaporée. Ce critère est à calculer selon l'Équation 25 pour chaque fluide et permet d'estimer la quantité d'énergie consommée par le Vacudest pour évaporer une fraction d'eau. Dans le but de sélectionner l'essai optimum, nous présentons les résultats obtenus du plan d'expérience en Figure 30, par les couples de valeurs suivants : consommation spécifique et débit d'eau distillée en fonction du numéro des essais. Les conditions de pression et de température d'évaporation sont stables sur l'ensemble de la matrice d'expériences (environ  $600 \text{ mbar}$  et  $89^\circ\text{C}$ ).



**Figure 30 : Résultats du plan d'expérience.**

Il y a le choix parmi une multitude d'expériences possibles. Nous allons déterminer les niveaux des facteurs de réglages qui vont permettre d'optimiser le fonctionnement de l'appareillage par un débit élevé et une consommation la plus économique possible. Nous allons éliminer les essais au fur et à mesure, suivant les restrictions, comme par exemple le phénomène de moussage. Ensuite nous étudions l'impact de la température des lobes sur l'échange thermique du condenseur, dans l'objet d'être favorable à un bon échange thermique pour le mécanisme de condensation. Ensuite nous suivrons la production de distillat en fonction de l'installation d'extraction d'incondensable et nous quantifierons la présence d'air en vue d'éviter qu'il intervienne de façon négative sur le transfert de chaleur (diminution du débit de distillat). Enfin, nous dicterons la condition optimale retenue.

En première approche, la valeur moyenne de la consommation spécifique est voisine de 115 kWh/tee. En regardant plus en détail la variation du débit de distillat, il faut noter que la vitesse du moteur a une influence proportionnelle sur le débit de distillat (3 niveaux de débit distincts, 20 kg/h, 30 kg/h, et 40 kg/h pour des vitesses égales à 2000, 3000 et 4000 tr/min cf. Tableau 5). A la lecture des consommations énergétiques, certains essais notés P3, P15, P17, P24, P32, P36 donnent des valeurs inférieures à 100 kWh/tee.

Nous avons remarqué qu'il se produisait un phénomène de moussage pour les effluents aqueux lorsque le liquide était chargé au niveau maximum. Il est à préciser que le moussage entraîne l'arrêt de la machine lorsque la sécurité de niveau haut est atteinte, celle-ci se produit avec une fréquence élevée pour 32 litres dans le bouilleur. Donc dans le but de limiter le moussage des effluents, le niveau minimum de quantité de liquide contenu dans la charge sera préféré, ce qui élimine les conditions notées P15, P17, P36.

L'essai P36 reste la configuration la plus économique avec 84 kWh/tee pour l'eau, mais malheureusement un volume de remplissage de cuve de 32 litres (niveau maximum).

Le débit d'eau maximum sera privilégié, nous ne retiendrons pas les expériences P5 (30 kg/h ; 133 kWh/tee) et P26 (29 kg/h ; 138 kWh/tee) puisqu'il est possible d'obtenir un débit de distillat plus important avec une consommation énergétique plus faible, comme l'exemple de l'essai P3 (42,2 kg/h ; 95 kWh/tee).

La fonction principale du condenseur de vapeur, présent dans le Vacudest, est de transférer le flux de chaleur au milieu en ébullition. Suivant les conditions de température de la vapeur d'eau à l'entrée, c'est à dire la température des lobes du compresseur, la surface d'échange se divise en trois compartiments où s'effectuent les mécanismes suivants (cf. Figure 23 : Diagramme de Mollier [Bailly, 1971].) :

- la désurchauffe de la vapeur ;
- la condensation ;
- le refroidissement du liquide.

Pour suivre les performances du condenseur, nous avons calculé selon l'Équation 30 et l'Équation 31 la différence de température par rapport à la température de condensation, donc un  $\Delta T$  de désurchauffe de la vapeur et un  $\Delta T$  de refroidissement du liquide.

$$\Delta T_{\text{désurchauffe}} = T_{\text{désurchauffe}} - T_{\text{condensation}}$$

**Équation 30 :  $\Delta T$  de désurchauffe.**

$$\Delta T_{\text{refroidissement}} = T_{\text{condensation}} - T_{\text{refroidissement}}$$

**Équation 31 :  $\Delta T$  de refroidissement.**

Avec un  $\Delta T$  de 50°C de désurchauffe, le  $\Delta T$  de refroidissement du condenseur est de 10°C quand le débit est faible (20 kg/h essai P25) et de 1°C quand le débit est double (40 kg/h essai P36). Le condenseur ne joue pas le rôle de refroidisseur pour un débit de 40 kg/h puisque le  $\Delta T$  de refroidissement est très faible (1°C).

Avec un  $\Delta T$  de 20°C de désurchauffe, le  $\Delta T$  de refroidissement du condenseur est de 10°C quel que soit le débit (20 kg/h essai P28 ou 36 kg/h essai P21). Le condenseur joue le rôle de refroidisseur.

Ces résultats montrent qu'il est préférable d'avoir un faible  $\Delta T$  de désurchauffe afin d'utiliser la surface d'échange pour refroidir le liquide. En conséquence, la température de la vapeur au refoulement du compresseur doit être la plus basse possible, pour réduire la surface de désurchauffe de cette vapeur dans le condenseur. Il est préférable d'avoir une température légèrement supérieure, de quelques degrés, à la température de la vapeur saturante de l'eau à 100°C sous 1 bar.

Suivant les différentes configurations du plan d'expériences, l'ouverture ou la fermeture de l'extraction des incondensables ne changent pas dans de grandes proportions les performances de production. Si on compare les débits pour les couples de configurations P19 et P1, P34 et P16, P28 et P10, on remarque un écart de 1 à 2 kg/h dans la valeur de débit de 20 kg/h, ce qui représente une perte de 10 % avec l'ouverture des incondensables. Si le débit de vapeur est plus important, le débit extrait à la sortie du condenseur va aussi augmenter. Par exemple, les expériences P21 et P3 donnent une différence de 5,8 kg/h soit 15 %. L'ouverture des incondensables favorise la diminution du débit de production.

La littérature [Lange, 1934] indique la concentration en gaz incondensables dans les liquides : la solubilité de l'air dans l'eau est de 20 cm<sup>3</sup> pour 1000 g d'eau à 760 mmHg et 20°C.

Au bout de 12 h de distillation, un volume moyen de 500 litres est distillé dans les conditions optimales. Nous n'avons pas constaté une diminution du débit de production au cours du temps, tandis que l'air produit par dégazage peut s'accumuler progressivement dans le condenseur et freiner le transfert thermique.

La quantité d'air produite (environ 5 grammes d'air pour 500 kg d'eau) lors de l'essai est très inférieure à la valeur de 1 % (en masse) énoncé dans les travaux de Sacadura [Sacadura, 1978]. Ce qui confirme que l'air présent lors du dégazage de l'eau sur cet appareillage ne modifie pas les performances de débit sous les conditions décrites.

Globalement, l'ensemble des grandeurs (la température des lobes du compresseur, la quantité chargée, l'extraction des incondensables) présente une faible influence sur le débit de distillat.

La condition optimale retenue pour l'eau correspond à l'essai P3 dont les valeurs sont :

- 4000 tr/min ;
- 120°C ;
- 26 kg ;
- extraction « fermé ».

Les résultats montrent que l'appareil a un débit de 42,2 kg/h pour une énergie de 95 kWh/t d'eau évaporée.

Nous supposons que ces conditions seront les plus favorables pour évaporer l'eau présente dans l'effluent aqueux à traiter, puisque la proportion de la quantité d'eau présente dans les fluides de coupe est importante (de l'ordre de 96 %). Nous utiliserons donc les réglages définis pour l'essai P3 lors des traitements ultérieurs.

#### 5.2.1.3. Calcul de **k** pour l'évaporation nucléée

Les trois étapes de calcul sont : la condensation, la conduction et l'évaporation.

Pour l'étape de condensation, l'Équation 7 donne une valeur de  $Re$  égale à 29 pour un débit massique **Q** de 42 kg/h, les masses volumiques du liquide et de la vapeur sont respectivement égale à  $\rho_l = 957,9 \text{ kg/m}^3$  et  $\rho_v = 0,5978 \text{ kg/m}^3$ .

Kutateladze a développé l'Équation 8 :

$$\begin{aligned} H_c &= 1,47 \cdot k_l \cdot Re^{-1/3} (g/v_l^2)^{1/3} \\ H_c &= 1,47 \cdot 0,679 \cdot (29)^{-1/3} \cdot (9,81/(0,000282/957,9)^2)^{1/3} \\ H_c &= 15677 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \end{aligned}$$

Fritz a développé une équation empirique sur l'ébullition à nucléation (cf. Équation 9) :

Les conditions limites pour calculer  $He$  sont :

$$0,5 < p < 20 \text{ bars et } 10^4 < q < 10^6 \text{ W/m}^2$$

Les conditions opératoires du Vacudest pour l'eau sont : un débit massique  $Q$  de distillat de 42 kg/h et la température de préchauffe de 65°C, ce qui donne dans l'Équation 10 :

$$q' = Q.C_p.(T_{\text{ébullition}} - T_{\text{préchauffage}}) + Q.L_v(p)$$

$$q' = 42/3600 \cdot 4,18 \cdot (86-65) + 42/3600 \cdot 2293,6$$

$$q' = 27\,800 \text{ W}$$

La valeur du flux  $q'$  ramenée par unité de surface est  $q = 27\,800 \text{ W/m}^2$

Le coefficient d'évaporation  $He$  est fonction de la densité de flux  $q$ , et de la pression de saturation  $p$ .

$$He = 1,95 \cdot q^{0,72} p^{0,24}$$

$$He = 1,95 \cdot (27,8 \cdot 10^3)^{0,72} (0,6)^{0,24}$$

$$He = 2731 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

Le coefficient global d'échange  $k$  est défini selon la Figure 12 comme la somme de résistances thermiques (Équation 11).

$$k = (1/H_{c+e}/\lambda + 1/He)^{-1}$$

$$k = (1/15677 + 1,5 \cdot 10^{-3}/15 + 1/2731)^{-1}$$

$$k = 1890 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

D'après la densité de flux thermique  $q$  qui traverse la paroi de l'échangeur en Figure 12, le flux de chaleur  $q'$  s'exprime de deux façons selon l'Équation 12, ce qui permet de déduire le coefficient global d'échange  $k$ .

$$q' = Q L_v$$

$$q' = 42/3600 \cdot 2293,6$$

$$q' = 26\,700 \text{ W}$$

$$q' = k S \Delta T \text{ on déduit } k = 1910 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

L'ordre de grandeur pour  $k$  est conservé selon les deux méthodes de calcul.

Le coefficient d'échange global  $k$  est fonction du débit de distillat.

### 5.2.2. Essai sur les fluides de coupe à concentration constante

Nous allons présenter un essai type mené sur le pilote d'évapo-concentration CMV. Nous avons tout d'abord décrit les caractéristiques du fluide neuf préparé à 5 % de concentré et le fluide usé Condat Polybio 150 utilisé par la société Sapaic. Nous nous intéresserons maintenant au fonctionnement en détail de l'évaporateur VacuDest et à la qualité de la phase aqueuse recueillie.

#### 5.2.2.1. Fonctionnement de l'évaporation

Nous présentons le suivi des conditions opératoires du VacuDest sur le traitement du fluide usé (Condat Polybio 150) précédent.

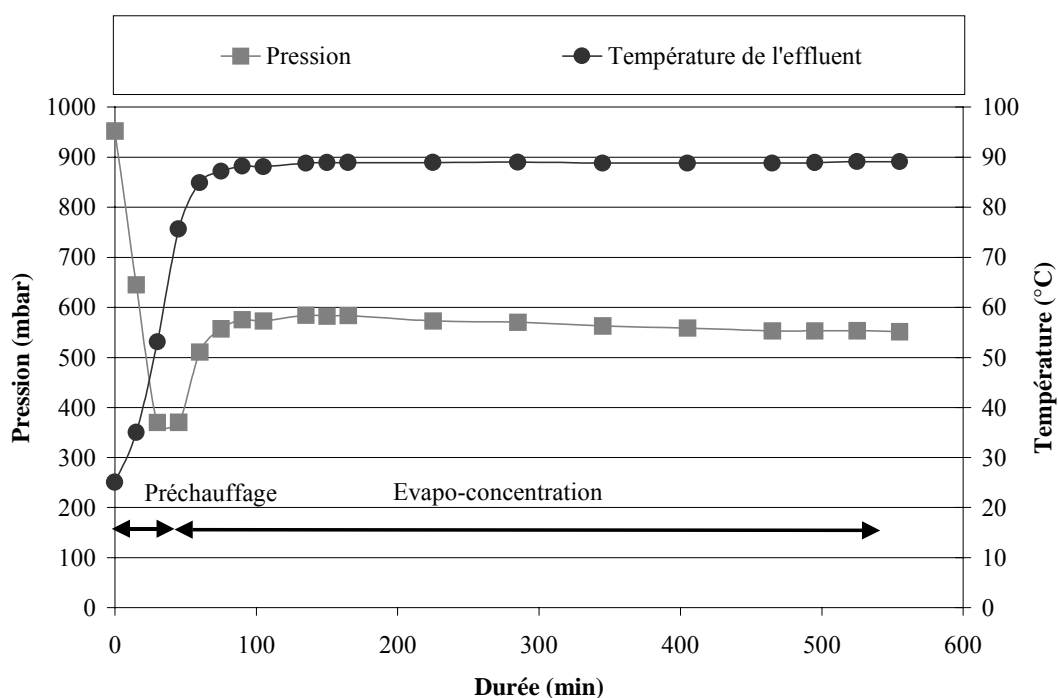
Nous nous intéressons à la durée du cycle, au calcul du facteur de concentration (indicateur de la réduction de volume), au débit de distillat, à la consommation spécifique énergétique et à la qualité de ce distillat (en terme de DCO et d'hydrocarbures).

Les courbes reliant la pression et la température de l'effluent, en fonction du temps au cours de la concentration, sont décrites sur la Figure 31 : Conditions opératoires en fonction du temps. Le démarrage s'effectue à température ambiante et après une étape de préchauffage du bouilleur (45 minutes), l'effluent atteint peu à peu la température d'ébullition de l'eau (89°C) sous la pression de service (570 mbar). Les valeurs de température et de pression sont constantes pendant toute la durée du cycle d'évapo-concentration. Le distillat est produit par condensation de la phase vapeur.

La pression mesurée est de 570 mbar, l'équation d'équilibre liquide/vapeur pour l'eau correspond à une température de saturation 85°C. L'écart de température de 4°C est mesuré, cela peut être dû à :

- la position de la sonde (turbulence du liquide en ébullition) ;
- le type de sonde mal adapté (création d'un pont thermique) ;
- la transmission du signal.

Nous n'avons pas réussi à déterminer la ou les causes exactes. La compréhension et le suivi ne sont pas affectés par cette perturbation.



**Figure 31 : Conditions opératoires en fonction du temps.**

Le pilotage en cycle batch de l'appareil est présenté en Figure 32 par l'évolution de la température de la réserve de distillat en fonction du temps (de l'étape d'évapo-concentration). Les quarante-cinq premières minutes représentent l'étape de préchauffage de la charge du bouilleur ; pendant ce temps, la température de la réserve de distillat est constante (environ 33°C). Ensuite, nous constatons que plus le fluide se concentre dans le temps, plus la température de la réserve de distillat augmente. Il faut noter que, lorsque cette dernière atteint la température de consigne (90°C), le cycle d'évaporation est arrêté (c'est la vidange de l'effluent concentré, nommé résidu). En vue de faciliter la lecture de la Figure 32 et d'avoir un lien avec la Figure 31, nous avons représenté à nouveau la température de l'effluent.



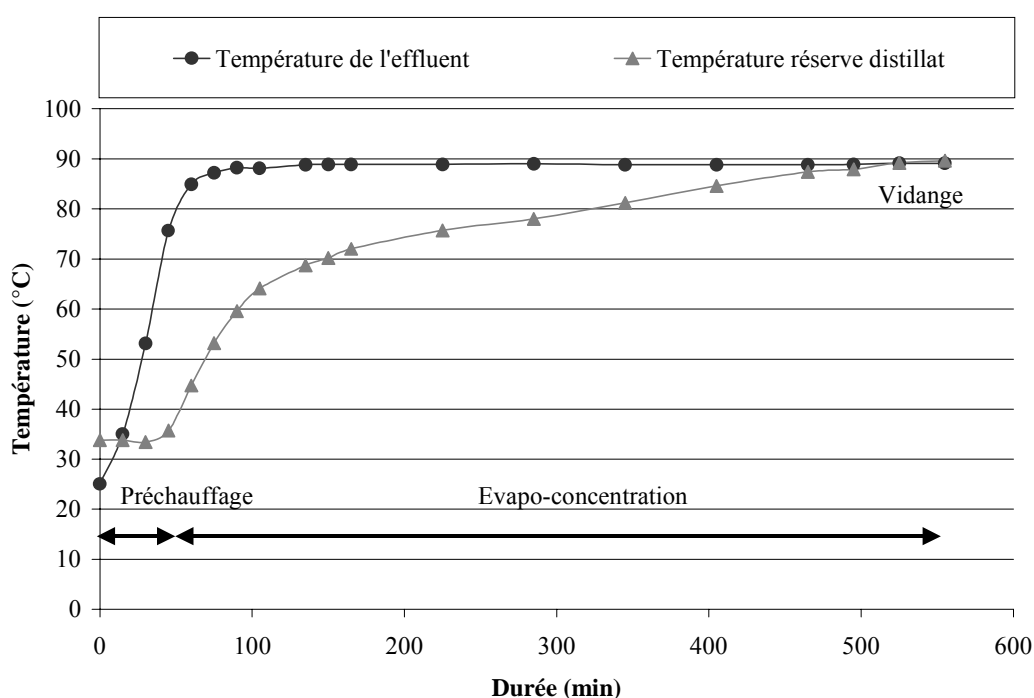
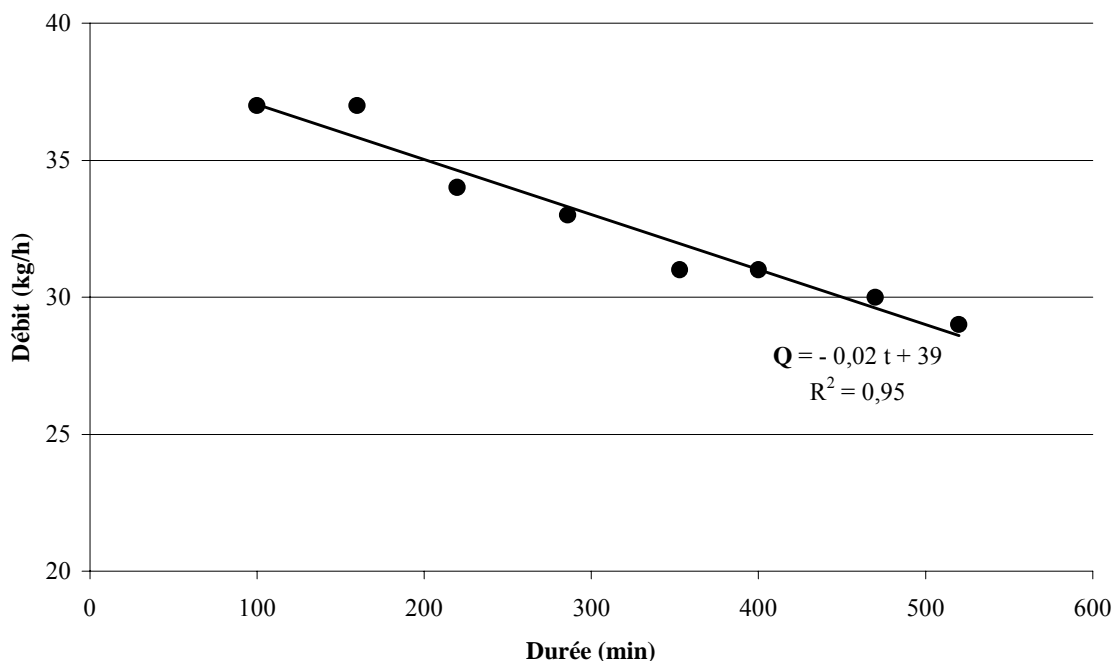


Figure 32 : Pilotage du cycle en batch.

Le débit de distillat en fonction du temps est représenté sur la Figure 33.

Le débit de distillat noté  $Q$  diminue de 37 à 30 kg/h de manière quasi-linéaire au cours du temps ( $Q = a.t + b$ , avec  $a=-0,02$  et  $b=39$ ) pendant l'étape d'évapo-concentration. L'eau présente dans l'effluent qui se concentre est plus difficile à évaporer puisque la concentration en additifs non évaporables augmente dans le bouilleur. Le débit  $Q$  diminue, les composés présents dans le fluide de coupe jouent le rôle de résistance au transfert de chaleur. L'augmentation de la résistance au transfert de chaleur va dans le sens normal de diminution du flux de chaleur et d'une diminution de performance d'évaporation (cf. Équation 12 : Flux de chaleur  $q'$  en fonction de  $k$ ).



**Figure 33 : Débit de distillat en fonction du temps.**

#### Qualité de la phase aqueuse produite

La phase aqueuse, obtenue au terme de l'évaporation sous vide, n'est pas de l'eau pure et nous allons mesurer sa Demande Chimique en Oxygène (DCO) [AFNOR NFT 90-101, 1997] par exemple, en vue de son rejet à l'exutoire ou de sa réutilisation dans la préparation des fluides de coupe.

Nous constatons que le distillat obtenu par le VacuDest est opaque et de couleur blanche dès les premières gouttes ; de plus à la fin de la campagne d'essai, il existe une phase huileuse surnageante sur la phase aqueuse opaque. Cette huile représente 0,3 % du volume total.

Le distillat produit pour l'effluent considéré n'est pas directement rejetable à l'exutoire (milieu naturel ou réseau d'assainissement muni d'une station d'épuration). En effet la valeur de la Demande Chimique en Oxygène comprise entre 2000 et 4000 mg/l n'est pas conforme aux limites sur l'Arrêté du 2 février 1998 [Arrêté, 1998] (relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation) qui fixe le seuil de rejet à 125 mg/l dans le milieu naturel et 2 000 mg/l pour la station d'épuration.

Le seuil réglementaire en hydrocarbures totaux est une valeur inférieure à 10 mg/l pour que le rejet soit admissible.

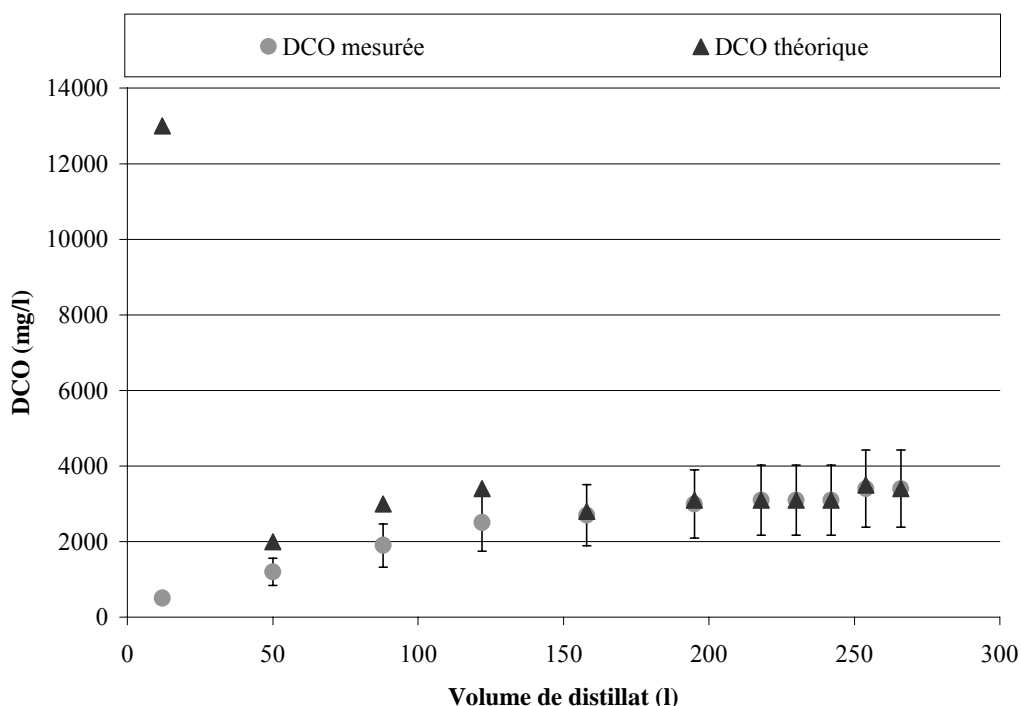
Nous allons vérifier ultérieurement un traitement complémentaire, telle que la technique membranaire qui devrait permettre d'atteindre les limites fixées.

### Mesure de DCO

Les mesures de DCO sont réalisées par la méthode rapide Hach avec détection colorimétrique, la prise d'essai est de 2 ml.

Nous allons nous intéresser à connaître la valeur de la DCO de la phase aqueuse issue d'un procédé d'évaporation de type batch. Le suivi de DCO s'effectue sur le volume de distillat produit. Nous observerons si une variation des valeurs est présente en Figure 34.

La Figure 34 présente les mesures de la DCO en fonction du volume de distillat obtenu.



**Figure 34 : DCO en fonction du volume de distillat.**

Ces mesures successives mettent en évidence l'augmentation de la DCO au fur et à mesure de la production de distillat. Le premier distillat a une DCO de 500 mg/l, car le démarrage du Vacudest nécessite le remplissage de la réserve de distillat avec de l'eau déminéralisée. Ce réservoir de stockage provoque la dilution du distillat produit et en conséquence diminue la valeur de la DCO. L'effet de dilution est important, surtout sur les premiers litres. Les valeurs estimées de la DCO théorique sur ces premiers litres de distillat par le calcul de dilution d'un volume de 25 litres sont de 13 000 mg/l. Puis l'effet de dilution s'estompe (les valeurs se rejoignent).

Après observation du distillat nous avons remarqué que la coloration blanchâtre est due à un mélange hétérogène eau-huile, qui contient 50 mg/l d'hydrocarbures par la méthode de dosage des hydrocarbures totaux suivant la norme AFNOR NFT XP T90-114 [AFNOR NFT XP T90-114, 1997] sur l'appareillage Magma-IR de NICOLET, modèle 550.

Selon le protocole de mesure de la DCO, il convient de travailler sur un milieu monophasique. Or la présence de l'huile faiblement émulsionnée va perturber la mesure, puisque le volume de la prise d'essai est de 2 ml (il est donc très difficile de travailler sur un échantillon représentatif), et augmenter la valeur de la DCO. C'est pour cette raison que la répétitivité de l'analyse n'est pas satisfaisante ; les valeurs présentent une forte incertitude (cf. Figure 34) (environ 30 %).

Le cycle batch présent nous offre des valeurs de DCO croissantes. Afin d'avoir une meilleure représentativité de l'ensemble, il est préférable de calculer la surface sous la courbe DCO en fonction du volume.

Dans le but d'avoir une mesure fiable sur la DCO en milieu monophasique et d'éviter les incertitudes dues à la présence de gouttelettes d'huile, nous avons appliqué au distillat un traitement complémentaire par ultrafiltration sur une membrane céramique de 50 nm de porosité. La mesure de l'échantillon de 250 litres donne une valeur de la phase aqueuse de 2 000 mg/l de DCO (valeur moyenne), pour une étendue de la gamme de 500 à 4000 mg/l après évaporateur. C'est également la valeur trouvée par l'aire (2000 mg/l).

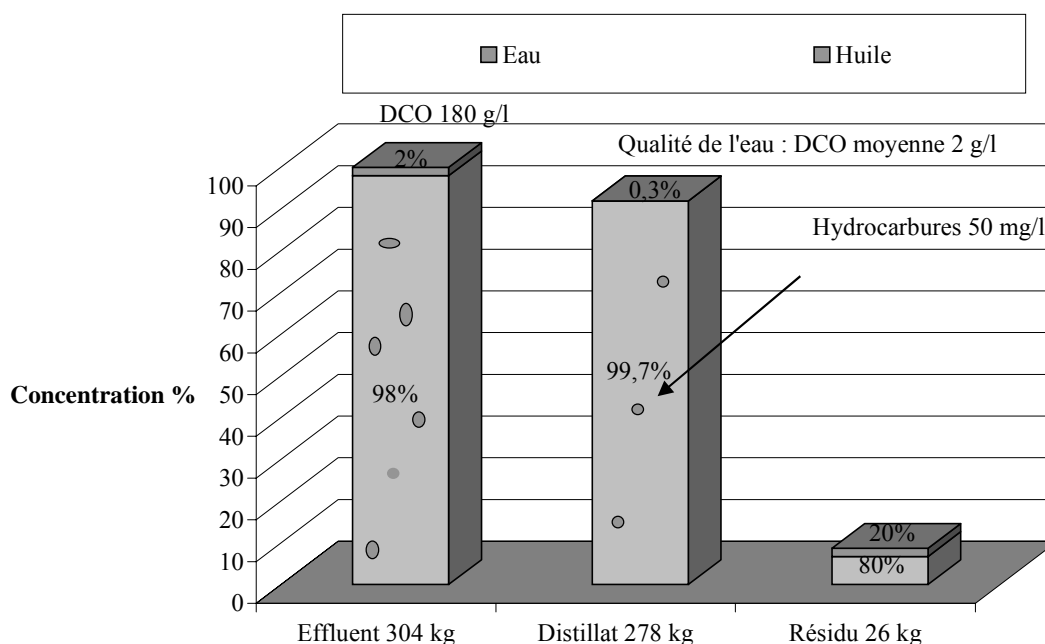
### 5.2.2.2. Bilan sur le traitement

#### Performances du Vacudest sur le fluide usé

En Figure 32, la durée du cycle de concentration de l'effluent usé est de 8 h 40 min (520 minutes) avec un débit moyen de distillat de 32 kg/h (cf. Figure 33). La quantité d'effluent totale traitée est de 304 kg, la masse de distillat récupéré est de 278 kg avec un résidu de 26 kg, nous avons donc atteint un facteur de concentration de 11,7 calculé selon l'Équation 24.

La consommation spécifique calculée selon l'Équation 25 pour ce type de fluide est de 125 kWh/tee.

Le bilan du traitement est résumé par la concentration volumique eau-huile en Figure 35, il détaille la composition volumique de l'effluent, le distillat et le résidu, permet notamment d'apprécier la réduction de volume.



**Figure 35 : Résultats obtenus pour une émulsion usée.**

### Comportement des fluides

L'évaporation de l'eau, contenue dans un fluide neuf et usé à la même concentration, se déroule de manière similaire : la pollution présente n'apporte pas de variation sur la durée de cycle (9 heures), le débit (32 kg/h) et la DCO moyenne (2000 mg/l) dans le cas étudié du fluide Condat Polybio 150.

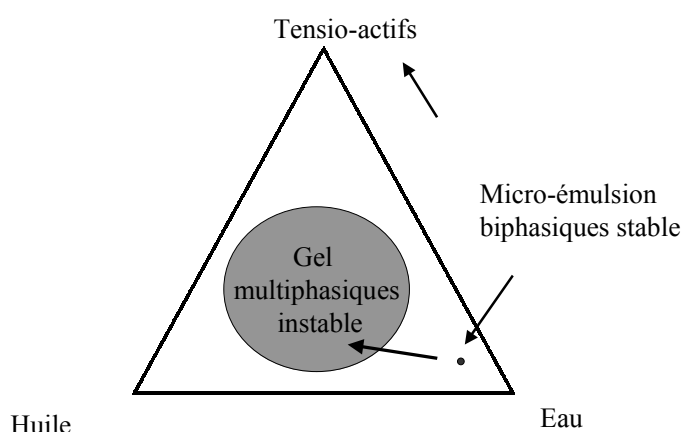
Néanmoins, il peut arriver qu'une pollution extérieure au fluide de coupe change les résultats de la machine, par sa tendance à s'évaporer ou à augmenter la résistance au transfert de chaleur.

L'information pertinente contenue dans les fiches produits Elf et Condat sur le concentré de départ, montre des variations respectives de la masse volumique de 998 à 1020 kg/m<sup>3</sup> [AFNOR NFT 60-101, 1994] et la viscosité cinématique de 71 à 50 mm<sup>2</sup>/s [AFNOR NFT 60-100, 1994] dues à la composition particulière de chaque formulation de concentré. Les caractéristiques du concentré ne permettent pas d'estimer le comportement, seulement de constater une légère différence dans les propriétés physiques. L'évaporation de la phase aqueuse se déroule de façon identique pour les micro-émulsions Elf et Condat mais les résultats d'essais sont différents (cf. 5.2.3.1. Cas des fluides biphasiques de types micro-émulsions).

Cependant, lorsque le fluide Condat à 5 % atteint un facteur de concentration de 8, l'émulsion se transforme brutalement en gel, et rend impossible la poursuite de l'évaporation de l'eau. La formation du gel augmente fortement la résistance au transfert de chaleur, au point que le flux de chaleur n'arrive plus à évaporer l'eau présente. Nous allons décrire plus en détail cette apparition.

### 5.2.2.3. Formation éventuelle d'un gel

Le fluide de type émulsion selon la littérature de Poré [Poré, 1976], est défini par un diagramme ternaire eau/huile/tensio-actifs. Le diagramme possède plusieurs régions spécifiques dont une zone où l'émulsion est instable sous pression atmosphérique (960 mbar) et à température ambiante (25°C). Nous pouvons considérer que, lors de l'évaporation de l'eau, la concentration globale en composants du fluide évolue (principalement par un appauvrissement en eau), le mélange ternaire, en équilibre biphasique stable jusqu'alors, se déplace vers la zone de gel qu'il atteint par exemple pour un facteur de concentration de 8 avec le fluide Condat à l'état neuf (cf. Figure 36).



**Figure 36 : Diagramme ternaire, formation de gel par évaporation d'eau d'une micro-émulsion sous les conditions opératoire du Vacudest.**

Ce phénomène ne s'est jamais produit pour le fluide utilisé traité en raison peut-être de la consommation durant l'usage de certains additifs qui participent à la création d'un système instable lors de la concentration par évaporation d'eau.

La Figure 36 représente un diagramme simplifié de l'évaporation de l'eau et du comportement qui peut se produire en termes de concentration pour les composés du fluide de coupe. Notons que le régime thermohydraulique, la pression et la température, auxquels est soumis le fluide dans l'évaporateur, sont très différents des conditions décrites dans le diagramme de Poré [Poré, 1976]. Nous supposons que la zone instable de gel peut se déplacer dans le diagramme ternaire et certainement s'étendre. Ce phénomène sur le fluide de coupe rend impossible la vaporisation de l'eau sous les conditions opératoires de 89°C, 600 mbar et 26 kW/m<sup>2</sup>.

Dans l'exemple du fluide Condat Polybio 150, nous allons observer le fonctionnement du VacuDest. Pour un facteur de concentration de 8, la pression diminue brutalement de 100 mbar par rapport au régime permanent fixé à 600 mbar, la température de distillat augmente fortement de 10°C en 10 minutes, l'évaporateur s'arrête du fait de la formation dans le bouilleur d'un gel. La Figure 37 présente en détail cette anomalie.

Ce type d'essai a été refait plusieurs fois mais la formation de gel n'est pas systématique pour un facteur de concentration donné, nous n'avons pas d'explication à ce phénomène.

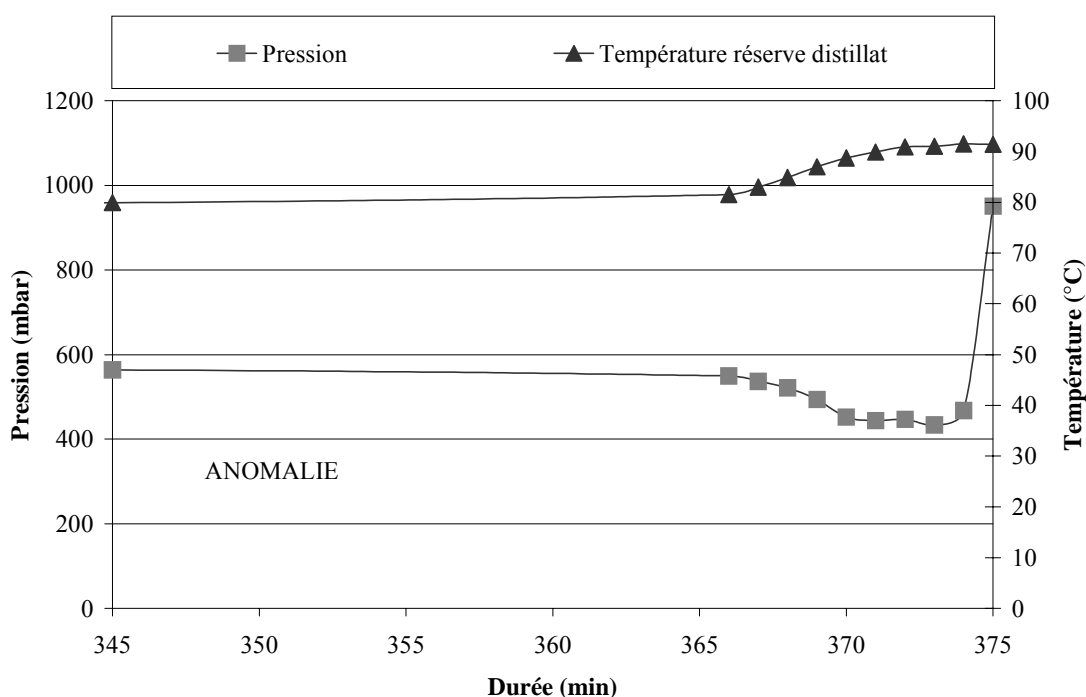


Figure 37 : Anomalie dans le régime de concentration pour un fluide neuf.

En résumé de la sous-section, à l'issue des essais sur les fluides usés, nous mettons en évidence que nous sommes tributaires de la concentration de départ. Nous allons expérimenter le traitement des fluides neufs sur des concentrations variables, ce qui nous permettra de tester les valeurs du domaine d'utilisation pour l'usinage.

### 5.2.3. Essai sur les fluides de coupe à concentration variable

La concentration du fluide d'usinage peut varier dans une gamme comprise entre 3 % et 7 %. Le choix d'une concentration prise à 5 % correspond aux conditions moyennes du fluide de coupe en service lors de l'usinage [CPL, 1998].

Dans le but de suivre les performances du Vacudest en fonction des concentrations variables en fluides de coupe, les essais ont été réalisés sur deux micro-émulsions neuves Condat, Elf et une solution Motul. Les différentes formulations de fluides de coupe aqueux seront étudiées pour un réglage de l'appareil (défini par le plan d'expériences à l'eau).

#### 5.2.3.1. Cas des fluides biphasiques de type micro-émulsions

Dans un premier temps, nous avons étudié la capacité d'évaporation du Vacudest pour deux micro-émulsions de concentration volumique de concentré 5 % (essai 1, 3) (dilué 20 fois dans l'eau du réseau stéphanois). Il faut noter que le concentré contient toujours de l'eau en quantités variables Elf (15%) et Condat (40%), cette eau est présente afin de faciliter la mise en émulsion.

La durée du cycle, la quantité d'effluent traité et le débit de distillat ont été mesurés. Le facteur de concentration et la consommation spécifique ont été calculés comme précédemment selon l'Équation 24 et l'Équation 25.

Dans un deuxième temps, nous ferons varier la concentration d'alimentation des fluides de coupe (essai 2, 4, 5).

Le Tableau 12 présente pour différentes concentrations les performances de l'évaporateur.



Tableau 12 : Résultats concernant les micro-émulsions.

Essais	1	2	3	4	5
Fluide	Elf 5 %	Elf 2,5 %	Condat 5 %	Condat 2,5 %	Condat 1 %
Durée du cycle (h :min)	3 h 20	8 h	9 h	6 h 30	12 h
Effluent (kg)	120	309	304	218	362
Résidu (kg)	22	26	26	26	25
Facteur de concentration	5,4	12*	11	8,4*	14.5*
Débit <b>Q</b> (kg/h)	29	35	32	29,5	28
Consommation spécifique (kWh/tee)	138	114	125	135	144

\* présence de gel

Lors de l'évaporation des fluides, il se produit un phénomène de moussage qui est maîtrisé par l'ajout d'additifs anti-mousse appropriés. Le moussage est favorisé par la présence des tensio-actifs. Le niveau de moussage est à limiter car il arrête le fonctionnement de l'évaporateur et risque d'endommager les lobes du compresseur.

À concentrations d'alimentation identiques (5 %, essais 1 et 3), les fluides se comportent différemment. Le Tableau 12 de résultats montre que suivant le fluide nous obtenons un facteur de concentration variant du simple au double, de 5,4 (fluide Elf) à 11 (fluide Condat) pour une concentration de 5 %.

Ensuite, nous avons divisé par deux la concentration des fluides, de 5 à 2,5 % (fluide Elf, essai 2 et fluide Condat, essai 4). Les principaux résultats obtenus sont les suivants : une durée de cycle de 8 heures et une quantité d'effluent traité de 309 kg. Ces valeurs sont proches de celles du fluide Condat à la concentration de 5 % (essai 3). Cependant les performances en termes de débit sont meilleures pour le fluide Elf à la concentration de 2,5 % puisque le débit passe de 29 à 35 kg/h. Le débit de distillat augmente de 20 % quand la concentration diminue d'un facteur 2.

Ces différences de comportement doivent provenir de la composition en huile, tensio-actifs et eau dans la formulation de base du concentré.

Les essais 2, 4 et 5 donnent des facteurs de concentration pour lesquels l'évaporation de l'eau a été perturbée par la formation de gel dans le bouilleur (cf. Figure 36).

Les fluides s'utilisent préférentiellement entre 2,5 et 5 %, nous avons voulu vérifier si, avec un fluide de concentration inférieure, le gel se produit (fluide Condat, essai 5)

Le fluide Condat, à la concentration de 1%, ne présente pas le résultat espéré, puisque la température de la réserve de distillat augmente brutalement pour le facteur de concentration de 15, le facteur de concentration de 50 escompté n'est donc pas atteint (le facteur de concentration devrait être 5 fois plus important à 1% que pour une concentration de 5%).

La raison pour laquelle le cycle n'est pas plus long est due à une formation de gel, cependant la vidange du produit a eu le temps de s'effectuer (malgré que le produit soit déjà épais, le contrôle visuel du résidu le confirme).

Le fluide Elf montre que le débit  $Q$  augmente lorsque la concentration diminue, mais en ce qui concerne le fluide Condat, le débit  $Q$  évolue très faiblement quand la concentration diminue. Cependant la durée du cycle n'est pas supérieure à 9 heures quand la concentration est diminuée de deux (la durée du cycle est de 6 h 30 pour Condat à 2,5 %). Nous n'avons pas d'explication d'où peut provenir ce résultat, à part la nature intrinsèque des fluides. L'apparition d'un gel empêche la réalisation de l'essai.

Dans un bilan global à retenir, sur l'ensemble des essais, la concentration d'alimentation diminue, ce qui permet d'augmenter les débits de traitement et le facteur de concentration.

Le critère de la consommation spécifique montre que l'eau contenue dans le fluide de coupe s'évapore plus difficilement que pour la référence à l'eau, car les valeurs calculées sont supérieures à 95 kWh/tee. En utilisant ce critère sous forme comparative, il est possible de classer les fluides par niveau de difficulté. Nous constatons que pour un fluide de type micro-émulsion la consommation moyenne est environ de 140 kWh/tee.

Il faut noter que l'usinage avec le produit Elf dans les ateliers de la société NFM est un usinage de haute technologie avec des contraintes très sévères. Le fluide de coupe est utilisé à une concentration de 5 % ; cependant, dans la majorité des applications, il est habituellement de 3 %. Comme nous le voyons pour certaines valeurs de concentration d'alimentation (Elf à 5%), l'évaporateur n'est pas en mesure d'atteindre le facteur de concentration de 10 souhaité.

En ce qui concerne la qualité des phases aqueuses sur les essais à différentes concentrations, les distillats des micro-émulsions contiennent de l'huile dans la proportion du rapport des tensions de vapeur huile-eau (cf. sous-section 5.2.5.).

#### 5.2.3.2. Cas du fluide monophasique de type solution

Nous allons étudier l'influence de la concentration d'alimentation sur le débit, le facteur de concentration et la consommation spécifique pour un fluide de type solution Motul (fluide neuf et usé). Le Tableau 13 présente les résultats relatifs à deux concentrations pour le fluide neuf 5 et 10 % (essai 6 et 7) et le fluide usé correspondant, prélevé dans les ateliers de l'entreprise Twl (essai 8).

**Tableau 13 : Résultats concernant les solutions.**

<b>Essais</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>
Fluide	Motul 5 %	Motul 10 %	Motul Twl 6 %
Durée du cycle	20 h	7 h 30	13 h
Effluent (kg)	783	286	514
Résidu (kg)	26	26	26
Facteur de concentration	30	11	20
Débit <b>Q</b> (kg/h)	37	33	36
Consommation spécifique (kWh/tee)	108	121	111

A l'inverse des micro-émulsions, il ne se produit pas de moussage lors de la phase d'évaporation. La dureté de l'eau, par la présence des sels et d'additifs contenus dans le fluide de type solution, évite ce phénomène.

Dans le cas des fluides monophasiques (teneur en hydrocarbures très faible), les facteurs de concentration obtenus sont beaucoup plus importants que dans le cas des émulsions à concentration égale à 5 %. Pour le fluide à 5 % (dilué 20 fois), il est possible de concentrer 30 fois, et donc finalement d'évaporer 1/3 d'eau du concentré Motul de départ. Le fluide utilisé se comporte pendant l'évaporation de façon similaire au fluide neuf, en termes de performances du procédé (facteur de concentration élevé, et débit de distillat élevé).

Le débit de distillat et le facteur de concentration sont influencés par la concentration de l'alimentation de l'effluent (lorsque la concentration augmente de 5 à 10 %, le facteur de concentration diminue de 30 à 11 et le débit  $Q$  diminue 37 à 33 kg/h, essais 6 et 7).

Le fluide utilisé de chez Twl à 6 % est, dans le domaine de performances, défini par le fluide neuf pour les concentrations de 5 et 10 %, puisque les divers facteurs présentés sont bornés comme par exemple la durée du cycle (13 heures) est comprise entre 7 h 30 et 20 heures.

Pour une valeur nominale de concentration à 5 %, la valeur du critère de consommation spécifique est de 110 kWh/tee, légèrement plus faible que les micro-émulsions (140 kWh/tee). De toute évidence, les solutions semblent plus faciles à traiter.

En résumé de la sous-section, l'influence des concentrations d'alimentation du fluide neuf permet d'évaluer le domaine des performances du Vacudest et d'anticiper les résultats pour les fluides utilisés en termes de durée de cycle, facteur de concentration, débit de distillat et consommation spécifique. Le facteur de concentration est un indicateur d'efficacité. Il faut rester prudent pour les résultats sur les fluides utilisés, car la nature de la pollution parfois peut amener une incapacité de traitement par évaporation, nous recommandons cependant d'effectuer quelques essais de faisabilité.

### 5.2.4. Transfert de chaleur

#### 5.2.4.1. Étude sur la variation de débit

L'étape de concentration d'une micro-émulsion modifie le débit. Nous allons calculer les valeurs de **k**, en utilisant les mesures de débit de distillat (cf. Figure 33), relevées pendant l'étape de concentration du fluide de coupe Condat Polybio 150 (micro-émulsion) et suivre l'évolution de la résistance au transfert de chaleur propre au fluide qui se concentre, Tableau 14.

**Tableau 14 : Valeurs du coefficient d'échange global k.**

Concentration	H <sub>2</sub> O	Condat 5 %	Condat ≈20 %	Condat ≈35 %	Condat ≈50 %
Débit Q (kg/h)	42	37	34	31	29
Re	29	26	24	22	20
Hc (W/m <sup>2</sup> .°C)	15677	16354	16821	17347	17737
q (W/m <sup>2</sup> )	27,8	24,5	22,5	20,5	19,2
He (W/m <sup>2</sup> .°C)	2731	2493	2345	2195	2092
<b>k</b> (W/m <sup>2</sup> .°C)	1890	1780	1710	1630	1580

Le Tableau 14 présente les valeurs calculées de **k** pour différentes valeurs mesurées du débit de distillat sur un échantillon unique d'eau déminéralisée et sur l'augmentation en concentration des composés organiques d'un échantillon d'émulsion Condat.

Quand la concentration en concentré du fluide de type émulsion Condat augmente (5 % à 50 %) dans l'évaporateur, le débit de distillat diminue (37 à 29 kg/h) et **k** diminue aussi (1780 à 1580 W/m<sup>2</sup>.°C). L'échange thermique dépend donc de la teneur de la phase organique.

La comparaison entre les valeurs de **k** pour l'eau et l'émulsion le confirme. Lors de la concentration de la phase organique, le coefficient d'échange global **k** diminue, et l'évaporation de l'eau devient plus difficile.

Nous effectuons à nouveau le calcul par la méthode développée pour  $k$  en prenant un débit moyen sur le cycle de concentration, 37 kg/h pour le fluide de type solution de Motul (essai 6) et 32 kg/h pour le fluide de type micro-émulsion de Condat (essai 3). Nous obtenons une valeur de  $k$  plus forte ( $1780 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ ) sur une durée de cycle plus importante (20 heures) que celle de la micro-émulsion ( $1657 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ ) sur une durée de cycle de 9 heures, compte tenu des additifs et d'une teneur en huile pratiquement nulle.

Il est possible de classer les fluides en fonction de leur valeur de coefficient d'échange global  $k$ , plus cette valeur est proche de celle de l'eau, plus il est facile de concentrer le produit. Le fluide le plus facile à évaporer est l'eau, ensuite vient par ordre de difficulté croissante l'eau contenue dans un fluide de type solution et enfin l'eau contenue dans un fluide de type micro-émulsion. L'évaporation de l'eau est plus difficile lorsqu'il y a présence d'huile et d'additifs.

#### 5.2.4.2. Résistance par encrassement

Dans des conditions de fonctionnement industriel, les cycles de concentrations d'effluents sont suivis périodiquement de nettoyage, en vue de limiter la chute de performance due à un encrassement de la surface d'échange. Cet encrassement peut être de diverses natures : la présence de calcium contenu dans l'eau entraîne la formation d'un dépôt dur de tartre, les huiles et additifs contenus dans les effluents se déposent sur la surface d'échange sous forme d'un film gras.

Nous allons présenter quelques valeurs recueillies lors de nos essais sur site industriel, pour des durées moyennes de un mois, sur des effluents huileux provenant de l'Industrie Mécanique.

Dans le cas industriel, il faut prendre l'encrassement de la surface d'échange en considération, ce qui augmente la résistance au transfert (les résistances s'additionnent).

La résistance d'encrassement  $R$  se calcule selon l'Équation 18 par l'inverse de la différence entre la valeur du coefficient d'échange global  $k$  à un encrassement donné et la valeur de  $k_p$  pour l'échangeur propre ( $1890 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ ). Le Tableau 15 présente le calcul de  $R$  en fonction de l'état de surface de l'échangeur.

Tableau 15 : Calcul de résistance à l'encrassement **R**.

État de surface l'échangeur	Propre	Dépôt de tartre	Dépôt de tartre	Film gras
Débit <b>Q</b> (kg/h)	42	25	20	32
<b>k</b> (W/m <sup>2</sup> .°C)	1890	1460	1290	1660
<b>R</b> (m <sup>2</sup> .°C/W)	0	1,6 10 <sup>-4</sup>	2,5 10 <sup>-4</sup>	7,3 10 <sup>-5</sup>

Le fonctionnement du Vacudest sur des effluents de fluides de coupe, sur une période de quatre semaines, est entre 20 à 25 kg/h, avec des cycles de lavage à la lessive. L'influence de l'encrassement est notable puisque sur des séries de quatre cycles batch, le premier facteur de concentration vaut 20 (débit de 30 kg/h) et ensuite les trois autres valent 8 (débit de 20 kg/h). Le débit à l'eau de l'échangeur (propre) est 42 kg/h, les conditions d'encrassement sur site industriel montre une diminution de moitié du débit.

Après démontage de l'échangeur, nous avons constaté un dépôt de tartre, pouvant même aller jusqu'à boucher certains tubes (diamètre 220 mm). Un nettoyage mécanique a été effectué avec une brosse.

L'élimination du dépôt de tartre sur l'échangeur s'effectue à l'aide d'une solution d'acide sulfamique. Le débit passe de 25 kg/h à 32 kg/h (la résistance **R** diminue de 10<sup>-4</sup> à 10<sup>-5</sup> m<sup>2</sup>.°C/W), toutefois, lors du démontage de l'échangeur, il reste un film gras dû au brûlage des composés organiques (température de paroi).

Si les nettoyages ne sont pas effectués de manière préventive, alors, le débit de distillat va diminuer pour tendre vers des valeurs très basses de l'ordre de 10 kg/h. Nous risquons alors de boucher les tubes du faisceau par des dépôts successifs de diverses natures (tartre, graisse, matière en suspension, ...).

L'objectif est de conserver une performance maximale avec une fréquence de nettoyage minimale pour limiter, autant que possible, le volume d'effluents générés (lessives et solutions acides).

## En résumé

---

Au fur et à mesure de la concentration, les propriétés du fluide évoluent et le coefficient d'échange global  $k$  diminue, ce qui entraîne une diminution du débit massique de distillat. L'addition d'une résistance d'encrassement joue un rôle négatif dans le transfert de chaleur et favorise la diminution de la valeur de  $k$ . L'appareil a tendance à s'entartrer rapidement, ce qui a un impact sur le facteur de concentration. Cependant un cycle de nettoyage permet de garder un débit acceptable mais ne permet pas d'éviter l'encrassement du procédé. Il est à noter que les effluents huileux de la mécanique forment sur l'échangeur un film gras qui limite les performances et nécessite un nettoyage supplémentaire.

---

### 5.2.5. Qualité de la phase aqueuse

#### 5.2.5.1. Caractéristiques

Les phases aqueuses obtenues sur l'évaporateur CMV, à l'issue du traitement des fluides de coupe des divers fournisseurs de lubrifiants, présentent les caractéristiques suivantes en termes de pH, de NTK et de DCO. Nous allons comparer ces critères aux normes de rejet de la phase aqueuse dans un réseau collectif équipé d'une station d'épuration [Arrêté, 1998].

#### Les fluides de type micro-émulsion

##### Micro-émulsion Elf

Suite à l'évaporation de l'eau contenue dans le fluide de coupe à 5 %, le pH du distillat mesuré est de 6 à 20°C. Concernant le pH du distillat, il peut être due à la présence d'un composé acide comme l'acide acétique, il s'évapore par décomposition de certains additifs présents dans la formulation [Cotteret, 1999]. Il est à noter que suivant la concentration du fluide coupe, le pH du distillat obtenu sur le VacuDest varie. Lorsque la concentration augmente de 2,5 % à 5 %, la valeur de pH côté distillat diminue de 7,5 à 6. Les valeurs de DCO ultrafiltré sont 1000 à 2000 mg/l.

La teneur en azote de Kjeldahl, par la méthode spectroscopique au réactif de Nessler [Rodier, 1984], montre une faible quantité contenue dans la phase aqueuse (5 mg/l).

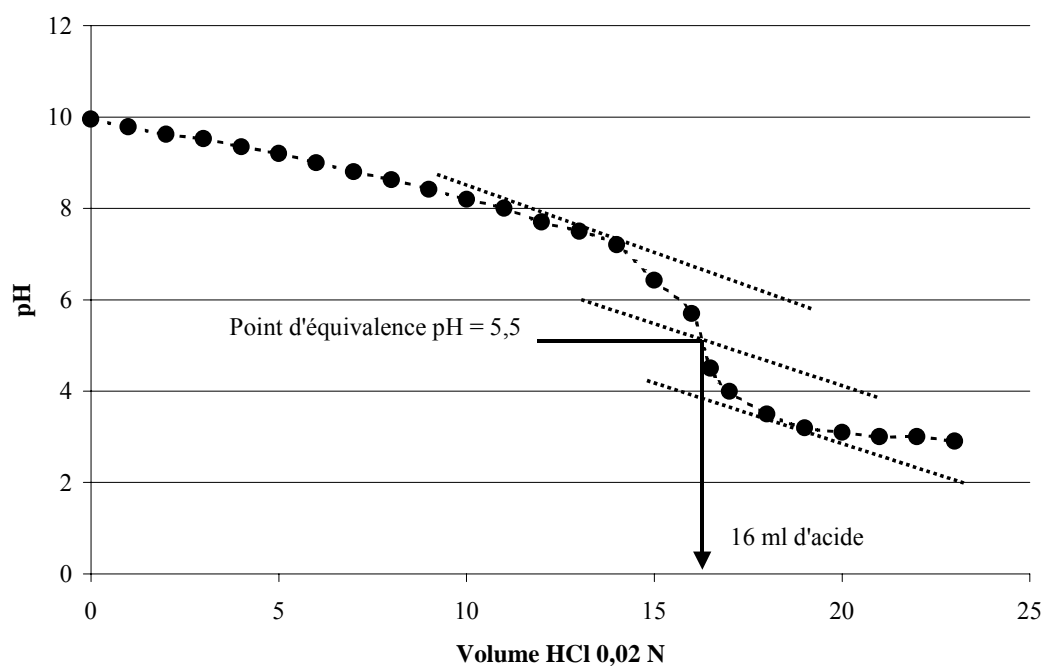


Micro-émulsion Condat

L'évaporation de l'eau contenue dans le fluide de coupe à 5 % donne une valeur de pH égale à 9 pour le fluide usé et 10 pour le fluide neuf.

Sur le distillat issu du produit neuf, nous avons effectué la détermination de l'alcalinité de l'eau selon la norme ISO 9963 [ISO 9963, 1996].

Le dosage acide/base du distillat s'effectue dans les conditions suivantes : l'acide utilisé est un acide fort HCl à 0,02 N, la prise d'essai du distillat est de 20 ml. Le profil de la courbe de dosage, présenté en Figure 38, donne une tendance de base faible. Le point d'équivalence est obtenu pour le pH de 5,5 au volume de 16 ml et donne une concentration en base de 0,016 mol/l. Le point d'équivalence est en pH acide.



**Figure 38 : Dosage acide du distillat.**

La détermination du  $pK_b$  sur la courbe de dosage donne une valeur de 8,6, la valeur du  $pK_a$  déduite est égale à 5,4. L'hypothèse émise est la présence dans le distillat d'une base ou plusieurs bases faibles de type amine ou amide dont les valeurs de  $pK_b$  sont de cet ordre de grandeur.

La teneur en azote présent est de 400 mg/l selon Rodier [Rodier, 1984].

Dans la formulation initiale du fluide de coupe, Polybio 150, la formulation nous indique que le produit contient un mélange de trois amines.

L'Arrêté [Arrêté, 1998] fixe une valeur de rejet vers le réseau collectif de 150 mg/l de NTK, le distillat issu de la formulation Condat ne satisfait pas le seuil indiqué.

La composition des distillats des fluides de type micro-émulsion contient de l'huile sous forme d'une part relarguée (3,6 kg) et d'autre part faiblement émulsionnée (100 mg/l).

Ces deux formulations Elf et Condat montrent bien que les additifs présents dans le fluide de coupe conditionnent la qualité de la phase aqueuse au point de vue du pH et du NTK.

Les mesures de DCO sur plusieurs échantillons, en sortie d'évaporateur côté distillats, montrent une variation de 2000 à 6000 mg/l, ces valeurs sont à prendre avec la plus grande précaution puisque la mesure est effectuée sur un milieu biphasique (eau-huile), alors que la méthode de mesure est préconisée pour un milieu monophasique.

La prise d'essai selon les méthodes, pour la méthode colorimétrique rapide Hach est de 2 ml et pour la méthode de titration normalisée Afnor NFT 90-101 octobre 1988 [AFNOR NFT 90-101, 1988], elle est de 10 ml. Dans les deux cas l'erreur de mesure est due à la représentativité de l'échantillon qui est difficile à obtenir pour un faible volume d'essai.

La législation se rattache toujours à la valeur de la DCO, or dans le cas d'un effluent huileux, il est difficile de donner une valeur précise. Pour avoir un milieu monophasique, il faut utiliser une technique d'ultrafiltration pour séparer l'huile (la valeur de la DCO devient alors reproductible).

Les distillats issus des micro-émulsions après l'évaporateur ne sont pas conformes aux valeurs d'admission en station d'épuration, d'une part du fait de l'huile en quantité non négligeable et par la valeur moyenne de la DCO qui est légèrement supérieure à la norme.

### **Les fluides de type solutions**

Les phases aqueuses obtenues après évaporation sont transparentes, nous nous sommes principalement attachés aux mesures de pH et de la DCO en vue de leur rejet. Le Tableau 16 résume les valeurs de pH et de DCO, obtenues pour les fluides Motul, biocool 100F (B100F) et biocool 140 (B140) après évaporation d'un volume de 200 litres.

Tableau 16 : Caractéristiques des solutions.

Fluides	B100F 5 %	B100F 10 %	B140 5 %	B140 10 %
pH	5	4,7	9,7	10
DCO (g/l)	0,8	1,2	2	4

Les fluides de coupe de type solutions contiennent des composés solubles et après distillation, la phase aqueuse produite contient des composés solubles responsables d'une DCO qui est fonction de la concentration de départ d'après le Tableau 16. Les fluides de type solutions sont exempts d'huile, ce qui permet d'avoir une appréciation représentative de la valeur de la DCO sur l'échantillon.

Sur les distillats issus de deux formulations, la mesure du pH montre un distillat à tendance acide (pH = 5) et un basique (pH = 10). Dans la formulation de ces deux fluides, on note respectivement un diacide et une diéthanoline [Clupty, 2000]. La législation nous informe que pour un rejet en station, le pH doit être compris entre 5,5 et 8,5 ; dans les cas étudiés nous sommes hors gamme.

Pour le premier fluide, lorsque la concentration double de 5 à 10 %, la DCO reste dans le même ordre de grandeur, environ 1 g/l (varie faiblement de 0,8 à 1,2 g/l en pH acide). Pour le deuxième fluide, lorsque la concentration double de 5 à 10 %, la valeur de la DCO double en pH basique (de 2 à 4 g/l). La conséquence de l'évolution de la concentration rend le distillat non conforme au rejet en DCO pour le fluide B140 à 10 %. Les autres valeurs de DCO sont acceptables.

Les distillats issus des solutions après l'évaporateur ne sont pas conformes aux valeurs d'admission en station d'épuration, il est nécessaire d'effectuer une neutralisation.

## En résumé

---

Les phases aqueuses issues du traitement des fluides de coupe ne sont pas conformes au rejet en station d'épuration avec l'utilisation d'un évaporateur CMV dont la pression de saturation est de 600 mbar. Nous allons étudier, tout d'abord, la possibilité de réutiliser la phase aqueuse sur site puis, en vue d'améliorer les résultats, la faisabilité d'un traitement à pression plus faible.

---

## 5.2.5.2. Fraction d'huile

Nous allons maintenant expliciter les caractéristiques de l'huile et tenter de montrer que la phase évaporée est une fraction légère.

Le Tableau 17 présente ces caractéristiques des huiles en termes de viscosité cinématique, d'analyse Infra Rouge à Transformé de Fourier (IRTF) et de chromatographie phase gazeuse (CPG).

**Tableau 17 : Caractéristiques des huiles.**

	<b>Huile de base</b>	<b>Huile évaporée</b>	<b>Commentaires</b>
Viscosité (mm <sup>2</sup> /s)	23	6	Diminution
IRTF (% A/P/N)	23,5/44,5/32	21,8/45,8/33,4	Pas significatif
CPG (°C)	290/356	280/316	Intervalle de température plus faible

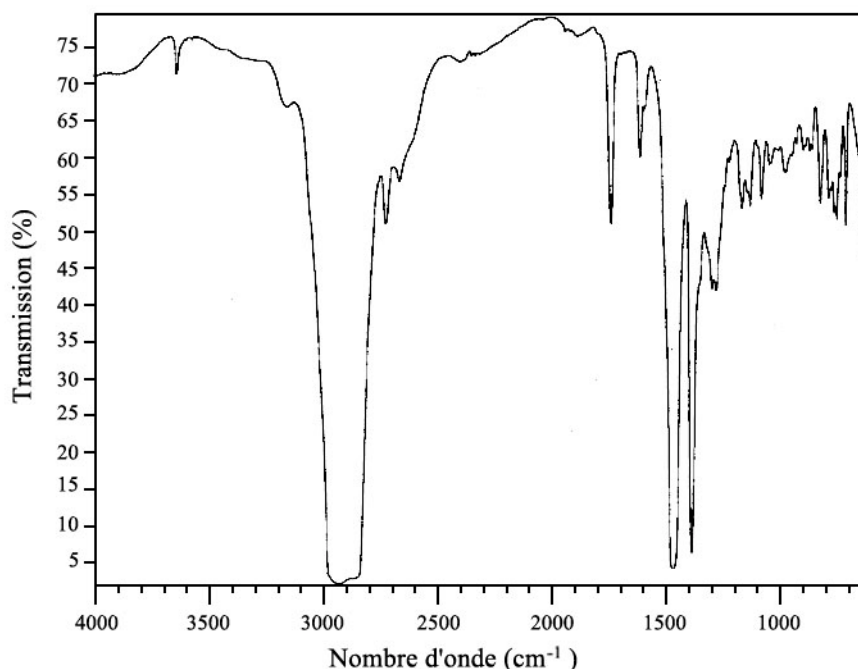
Viscosité

Les mesures de viscosité cinématique sont réalisées selon la Norme AFNOR NFT 60-100 [AFNOR NFT 60-100, 1994] à l'aide d'un viscosimètre à tube capillaire pour liquides transparents [Viscosimètre capillaire, 1974].

Les huiles minérales étudiées sont de couleur jaune clair. Le tube de type Ubbelohde (référence B196) est placé dans un bain thermostaté à 40,00 +/-0,02°C. Les résultats sont différentes pour un volume d'échantillon de 40 ml (huile de base naphénique 23 mm<sup>2</sup>/s et huile évaporée 6 mm<sup>2</sup>/s), ce qui semble montrer qu'une fraction légère a été évaporée puisque la viscosité est, généralement, une fonction de la masse molaire.

IRTF

Le résultat du spectre infrarouge pour une gamme de nombre d'onde variant de 3500 à 650  $\text{cm}^{-1}$ , est donné en Figure 39.



**Figure 39 : Spectre IRTF.**

L'analyse quantitative par Infra-rouge, des quantités respectives en composés carbonés Aromatiques (A), Paraffiniques (P) et Naphténiques (N) contenues dans l'huile, ne donne finalement qu'une tendance. En aucun cas, elle ne permet de dire qu'une fraction légère est évaporée. A titre d'exemple, il n'y a pas une variation significative des composés aromatiques.

CPG

Une distillation a été faite sur les huiles (avant et après évaporation). Elle détermine la courbe de distillation (le point initial et final d'ébullition) et permet de comparer les produits entre eux.

La courbe de distillation de l'huile est obtenue par chromatographie en phase gazeuse (CPG) avec programmation de température, grâce à l'appareil Hewlett Packard SP 58-90 série. Il est équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, dont la réponse est proportionnelle au débit massique.

La méthode de distillation, identique à la norme ASTM D 2887 [ASTM D 2887, 1993] est une méthode confidentielle mise au point par la société Elf. L'injecteur est de type direct et le volume de l'échantillon injecté est de 0,5  $\mu\text{l}$ .

La colonne chromatographique sépare les composés par point d'ébullition.

Un étalon de mélange de n-paraffines de points d'ébullition connus est passé sur la colonne. Les temps de rétention sont mesurés, ce qui donne une correspondance temps de rétention par rapport aux points d'ébullition.

L'échantillon d'huile inconnu est injecté et l'analyse chromatographique donne des quantités de produits élués en fonction des temps de rétention.

En utilisant le temps de rétention et le point d'ébullition, la méthode permet de calculer la quantité de produits qui distillent entre deux points d'ébullition.

Les températures d'ébullition sont ensuite représentées graphiquement en fonction des fractions massiques distillées.

La Figure 40 présente les résultats de l'huile de base dont le point initial de distillation est à 244,4°C et le point final à 431,4°C.

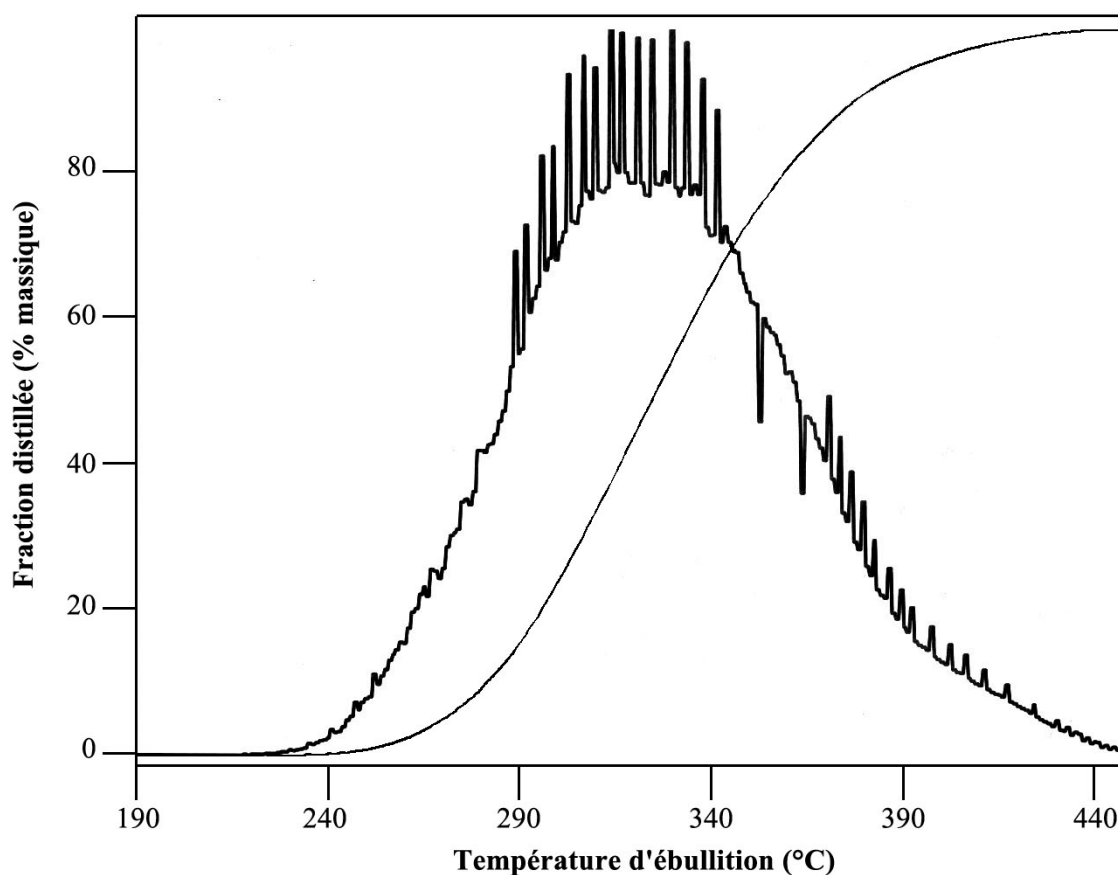
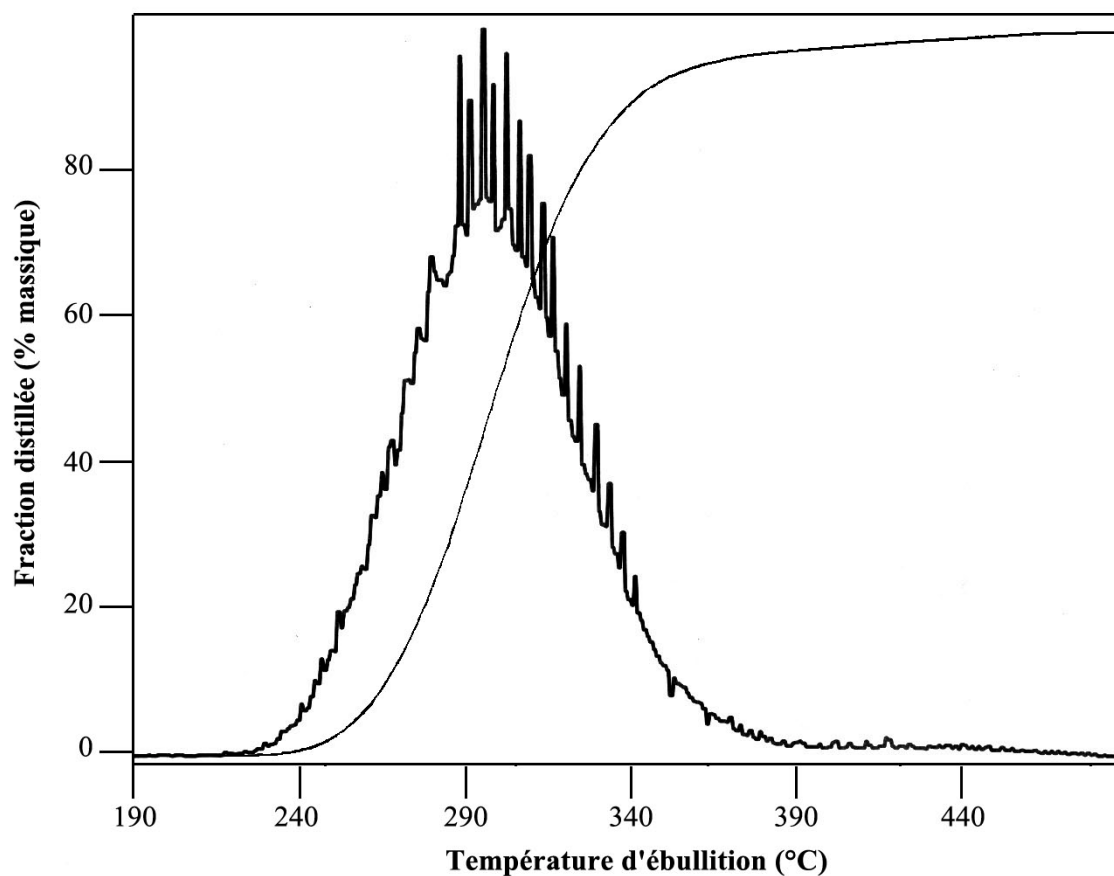


Figure 40 : Huile de base.

La Figure 41 pour l'huile évaporée montre que la température de distillation débute à 231,1°C et s'achève à 458,5°C.



**Figure 41 : Huile CMV.**

L'huile de base, dont le pourcentage distillé est supérieur à 60 % massique, est compris dans l'intervalle de températures de 290 à 356 °C. L'huile évaporée, pour les mêmes conditions opératoires, est dans une gamme de température de 280 à 316 °C.

Les températures d'ébullition de l'huile évaporée sont plus faibles que la température de l'huile de base, donc une gamme plus restreinte de température nous indique que nous devons être en présence d'une fraction légère de l'huile de base.

#### 5.2.5.3. Test de recyclage

A partir d'essais de laboratoire effectués sur le distillat, nous allons étudier la possibilité d'utiliser la phase aqueuse pour formuler de nouveaux fluides de coupe et vérifier si ces fluides répondent aux exigences en termes de stabilité et corrosion pour la réutilisation.

Le test de moussage sur les phases aqueuses montre la présence de mousse due à l'absence de sels de dureté dans l'eau condensée. L'analyse des ions calcium et magnésium au moyen d'un spectromètre d'émission ICP [ISO 11 885, 1996], donne des valeurs très faibles voisines de 1 mg/l. L'eau du réseau contient 35 mg/l de calcium et 1,5 mg/l de magnésium.

Des tests de stabilité (NF-T 60-187) ont été réalisés sur les micro-émulsions «recyclées», pour la concentration de 5 % ; les échantillons sont constitués d'un mélange de distillat et de concentré (soit 50 ml de produit concentré dans 1 litre de distillat). Nous constatons que la nouvelle mise en émulsion à partir de distillat est stable. Nous pouvons distinguer visuellement l'émulsion.

Les tests de remise en solution sont satisfaisants, sauf parfois quand le pH des distillats est de tendance acide, un précipité s'observe sur l'ensemble du concentré.

Les tests de corrosion selon la norme IP- 287 [IP 287, 1978], effectués sur les fluides de type émulsion ou solution, montrent l'absence de points de corrosion sur papier filtre.

#### 5.2.6. Efficacité de séparation

##### 5.2.6.1. Distillation d'un mélange non-miscible

La masse molaire de l'huile de base et la tension de vapeur de l'huile contenue dans le fluide de coupe nous ont été communiquées par la société Elf [Elf, 1998].

Les tensions de vapeur des corps purs sont les suivants à 86°C :

$$P^{\circ}_{\text{huile}} = 0,2 \text{ mbar et } P^{\circ}_{\text{eau}} = 578 \text{ mbar.}$$

Les masses molaires des corps purs sont:

$$M_{\text{huile}} = 283 \text{ g/mol et } M_{\text{eau}} = 18 \text{ g/mol.}$$



Le calcul théorique nous indique que 1 000 kg d'eau d'un mélange eau-huile (fluide de type micro-émulsion) seront nécessaires pour distiller 5,4 kg d'huile à la pression de saturation de 600 mbar.

Expérimentalement, la masse d'huile recueillie de couleur jaune très claire est de 4 kg à 0,5 kg près pour 996 kg d'eau. Il est impossible de donner une mesure exacte de l'huile présente, la valeur mesurée est donnée après écrémage.

Nous constatons que la quantité évaporée est inférieure au calcul théorique de Wuithier [Wuithier, 1958] mais reste dans le bon ordre de grandeur.

#### 5.2.6.2. Entraînement mécanique de gouttes

Dans ce paragraphe, nous déterminons par le calcul la vitesse de la vapeur et suivrons le traçage au bore des distillats par l'analyse au spectromètre d'émission ICP.

Le débit massique de vapeur d'eau en CMV est égal à 42 kg/h et nous allons calculer le débit volumique  $Q_{\text{volumique}}$  selon l'Équation 6, loi des Gaz Parfaits. L'application numérique est la suivante :

$$Q_{\text{volumique}} = \frac{\frac{42}{0,018} \cdot 8,32 \cdot 359}{60000} = 120 \text{ m}^3/\text{h}$$

Le débit volumique  $Q_{\text{volumique}}$  est égal à 120 m<sup>3</sup>/h de vapeur à la pression de saturation de 600 mbar.

Pour une section de passage de 0,02 m<sup>2</sup>, la vitesse de circulation de la vapeur calculée est de 1,26 m/s selon l'Équation 5. Le calcul de la vitesse est effectué pour le débit maximum de l'installation (42 kg/h). Les conditions de fonctionnement industriel nous indiquent que la production de distillat est de 20 à 25 kg/h, ce qui diminue la vitesse de la vapeur (comme nous l'avons vu dans l'étude de l'encrassement). Nous pouvons retenir un ordre de grandeur de 1 m/s sur la vitesse de la vapeur et vérifier ainsi la quantité de bore correspondante.

Nous présentons les résultats d'analyse pour deux fluides de coupe (Condat Polybio 150 et Elf Emulself G3EAB) au cours du temps. Le Tableau 18 résume les profils de concentration en bore dans le distillat.

Tableau 18 : Concentration en bore des distillats.

	<b>Distillat issu du fluide Condat 5 %</b>	<b>Distillat issu du fluide Elf 5 %</b>
<b>Temps (h)</b>	<b>B (mg/l)</b>	<b>B (mg/l)</b>
1	<0,5	-
2	<0,5	1,2
3	<0,5	1,6
4	0,6	1,6
5	0,7	1,6

La valeur moyenne de l'élément présent dans le distillat est inférieure à 2 ppm, lors de l'évaporation en continu.

Le spectromètre d'émission ICP [ISO 11 885, 1996] mesure une concentration en bore de 500 mg/l dans l'alimentation en fluide de coupe à l'entrée de l'évaporateur (micro-émulsions Condat 5 % et Elf 5%), et une concentration dans les distillats de 1,6 mg/l. Les valeurs inférieures à 0,5 mg/l correspondent à la limite de détection de l'appareillage.

Nous en déduisons que l'entraînement mécanique vésiculaire vers le distillat est nul ou infime à la vitesse de la vapeur de 1 m/s puisque le bouilleur contient 5000 mg/l (facteur de concentration 10) et nous détectons une valeur inférieure à 2 mg/l. Le pourcentage établi est de 0,04 (8 mg/l d'huile). La quantité d'huile estimée reste infime puisque la mesure d'hydrocarbures totaux (HCT) sur la phase aqueuse est de 50 mg/l.

En résumé

---

L'impact de l'entraînement mécanique sur l'efficacité de séparation pour une vitesse de la vapeur de 1 m/s dans le procédé CMV est négligeable sous les conditions de pression de saturation 600 mbar et de débit volumique de 120 m<sup>3</sup>/h.

---

### 5.2.6.3. Rendement

L'évaporateur CMV, à la température d'ébullition de 86°C, favorise l'évaporation de l'huile présente dans les micro-émulsions ; celle-ci se retrouve d'une part, après une phase de repos, relarguée en surface du distillat (de l'ordre de quelques kg) et d'autre part, en fraction émulsionnée dans le distillat (de l'ordre de 100 ppm par la méthode de dosage des hydrocarbures totaux [AFNOR NFT XP T90-114, 1997]).

Les hypothèses retenues pour calculer le bilan massique de l'appareil sont les suivantes :

- les transformations sont effectuées en régime permanent ;
- il n'y a pas d'accumulation de matière ou d'énergie dans le système.

L'équation du bilan matière sur le débit massique établit que l'intrant est égal à l'extrait.

Nous allons déterminer la quantité d'huile présente. Nous avons constaté que l'entraînement mécanique de gouttes d'huile est négligeable. L'unité est la tonne d'eau.

Pour l'alimentation d'un fluide de coupe à 5 %, nous avons 50 litres de concentré par mètre cube d'eau. Les concentrés respectifs, suivant les formulations des fournisseurs de lubrifiants Condat et Elf, contiennent entre 20 % et 40 % d'huile, ce qui représente entre 9 et 18 kilogrammes d'huile par tonne de fluide (la densité de l'huile de base est égale à 0,9 à 15°C).

La quantité recueillie expérimentalement côté distillat est de 3,6 kg et environ 100 g en fraction émulsionnée. Le reste de la quantité d'huile se retrouve dans le flux de sortie côté résidu mais n'est pas quantifiable.

Le rendement massique de séparation, entre l'alimentation et le distillat, se situe entre 60 et 80 %. Donc une quantité non négligeable (de l'ordre de 20 à 40 % massique) de l'huile présente dans un fluide de coupe est susceptible de se retrouver dans le distillat par évaporation sous les conditions opératoires de 86°C et 600 mbar.

La séparation de l'émulsion eau-huile est partielle sous ces conditions d'évaporation.

### 5.2.7.VAN/DRI

L'ensemble des diverses étapes et des critères financiers sont présentés dans le Tableau 19 pour le procédé CMV.

Dans la matrice, le calcul du flux net actualisé est effectué sur toute la durée de vie du projet de l'année 2000 à 2006. L'année 1999 est réservée préférentiellement à l'investissement du projet.

**Tableau 19 : Matrice de calcul économique.**

		Durée de vie						
	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
Investissement								
Achat Vacudest 40	-34,30							
Pré-post-traitement	-4,57							
Génie civil	-6,10							
Total investissement	-44,97							
Aides financières de l'Agence de l'Eau	0,00							
Fonctionnement								
*dépenses								
Energie k€ (1kWh = 0,06 €)		-1,62	-1,62	-1,62	-1,62	-1,62	-1,62	-1,62
Coût d'élimination (FC)		-3,05	-3,05	-3,05	-3,05	-3,05	-3,05	-3,05
Maintenance		-4,57	-4,57	-4,57	-4,57	-4,57	-4,57	-4,57
*recettes								
Economie de traitement en évapo-incinération		30,49	30,49	30,49	30,49	30,49	30,49	30,49
Tableau d'amortissement								
investissement 1999	3 ans linéaire							
dotation aux investissements		-14,99	-14,99	-14,99	0,00	0,00	0,00	0,00
Calcul des flux nets de trésorerie								
Flux bruts		21,25	21,25	21,25	21,25	21,25	21,25	21,25
Base imposable		6,25	6,25	6,25	21,25	21,25	21,25	21,25
Montant des impôts		-2,64	-2,64	-2,64	-8,96	-8,96	-8,96	-8,96
Flux nets	-44,97	18,61	18,61	18,61	12,29	12,29	12,29	12,29
Critères financiers								
Actualisation (1+i)^n	5%	1	1,05	1,10	1,16	1,22	1,28	1,34
Flux nets actualisés FNA	-44,97	17,72	16,88	16,07	10,11	9,63	9,17	8,73
Evolution VAN	-44,97	-27,25	-10,37	5,70	15,81	25,44	34,61	43,34
VAN	43,34 k€							
DRI actualisé	2,7 ans							
TIR	31%							

L'exemple développé pourrait être celui d'une entreprise PME de 60 personnes qui produit 200 m<sup>3</sup>/an d'effluent dont le coût d'élimination est de 152,45 €/ m<sup>3</sup>. Le coût d'élimination prend en compte le coût de transport à hauteur de 30 % du total.

La matrice de calcul résume les différentes étapes (l'investissement, le fonctionnement, les flux nets, les critères financiers).

La somme des investissements est présentée dans la 1<sup>ère</sup> colonne, année 1999, achat du matériel 34,30 k€, matériels de pré et post traitement 4,57 k€, génie civil 6,10 k€. Le coût de génie civil est une estimation d'un coût moyen sachant que c'est une valeur propre à chaque entreprise. La somme totale est de – 44,97 k€ (l'investissement est de signe négatif).

Les charges liées à l'exploitation de l'équipement sont des frais : d'énergie électrique, d'élimination (volume de résidu) et d'entretien (inclus les consommables tels que l'anti-mousse et les produits de nettoyage de l'échangeur).

La partie fonctionnement se définit par la somme des dépenses et des recettes.

Dans le calcul des dépenses interviennent les performances du procédé tels que le débit 30 l/h, le facteur de concentration 10 et la consommation spécifique 133 kWh/tonne traitée.

#### Le calcul pour l'année 2000

Le coût énergétique calculé pour 200 m<sup>3</sup>/an traité sur l'appareil, à 0,06 € le kilowatt heure est de 1,62 k€. Énergie = 200 . 133 . 0,06 = 1622 €.

Le coût d'élimination du résidu est de 3,05 k€ (réduction de volume d'effluent d'un facteur de 10).

Le coût de maintenance de l'appareillage est d'un montant de 4,57 k€.

La somme totale des dépenses est de 9,24 k€ (coût de fonctionnement).

Les recettes sont les économies de traitement effectuées en filière d'élimination soit 30,49 k€.

L'activité de fonctionnement donne le flux brut.

Flux bruts = recettes – dépenses = 30,49 – 9,24 = 21,25 k€

La dotation aux investissements du matériel d'usine est publiée par la Fédération des Industries Mécaniques, pour une valeur moyenne de 3 ans, l'amortissement est linéaire soit 14,99 k€/an pendant 3 ans.

Calcul de la base imposable :

Base imposable = flux bruts – dotation = 21,25 – 14,99 = 6,25 k€

Pour comparer valablement la rentabilité des investissements, l'aspect fiscal est pris en compte. Nous considérerons, par la suite, le flux net actualisé après impôt dont le montant est fixé à 42,16 %.

Impôt = 0,4216 . base imposable = 0,4216 . 6,25 = 2,64 k€

Flux nets = flux bruts – impôt = 21,25 – 2,64 = 18,61 k€

Pour un taux d'actualisation  $t$  égal à 5 %, le calcul de la valeur d'actualisation est de 1,05 pour l'année 2000. Nous obtenons le Flux Net Actualisé (FNA) de 17,72 kF. Les flux vont être cumulés chaque année, le point de départ de l'évolution de la VAN est le montant de l'investissement à -44,97 k€. Les flux nets actualisés ont tendance à diminuer (de 17,72 à 8,73 k€) au cours du temps, dus à l'augmentation du montant des impôts (de -2,64 à -8,96 k€), et de la valeur d'actualisation (de 1,05 à 1,41).

Le résultat des critères financiers est :

- une VAN de 43,34 k€ est l'argent potentiellement économisé par ce type de traitement ;
- un DRI de 2,7 ans traduit la durée du risque pendant laquelle la VAN est négative ;
- un TIR de 31 % donne l'image du rendement de l'opération.

La VAN est positive et le DRI est de courte durée sur l'horizon de projet.

Les résultats de la matrice de calcul économique sont représentés par l'évolution de la VAN sur l'horizon de projet en Figure 42.

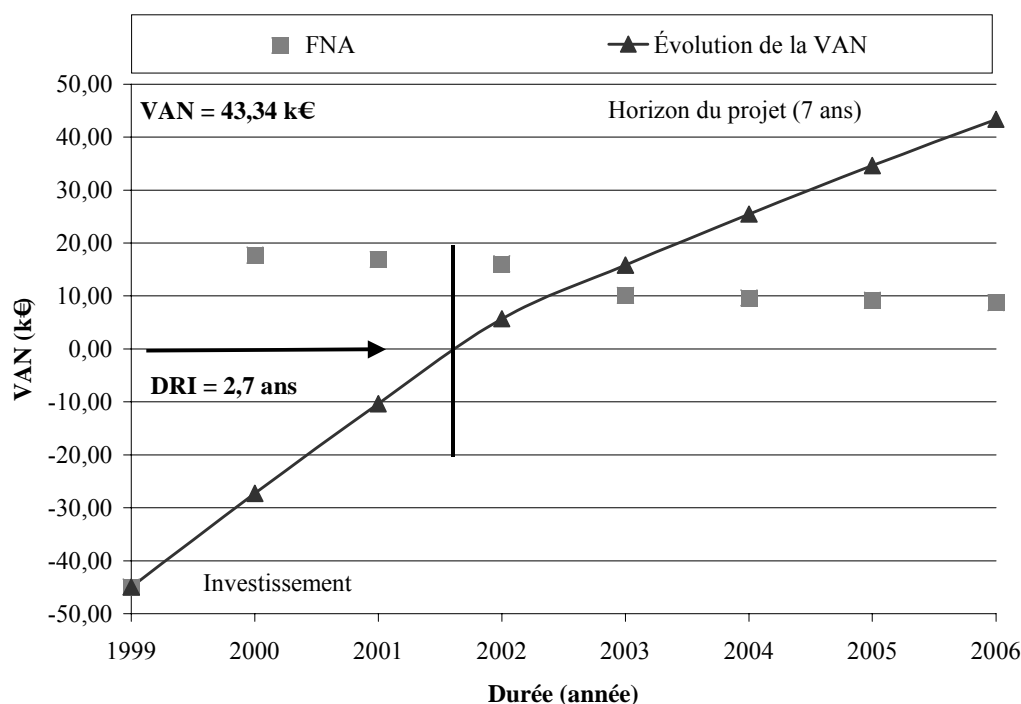


Figure 42 : Évolution de la VAN.

Le point de départ de la VAN, c'est l'investissement de – 44,97 k€ en 1999. Pour la première année (en 2000) le calcul donne le FNA positif (17,72 k€). Le FNA est positif pour les années suivantes mais le gain diminue dû à l'actualisation de la valeur de l'argent et la valeur de l'impôt. Le cumul du FNA donne la VAN, elle montre l'évolution de la rentabilité sur l'horizon du projet.

Quand l'évolution de la VAN est négative, c'est une période de risque pendant laquelle le gain obtenu ne correspond pas à l'investissement.

Lorsque la valeur devient nulle, le Délai de Retour sur Investissement est de 2,7 ans.

Lorsque la VAN devient positive, c'est le gain d'argent potentiel du projet. La valeur de la VAN pour l'année 2006 est de 43,34 k€.

### 5.2.8. Synthèse

Le travail consistait à tester un évaporateur industriel de capacité de 1 m<sup>3</sup>/jour pour valider la faisabilité de traitement sur des effluents de fluides de coupe (teneur en eau supérieure à 96 %). Nous avons fait le choix de la technique la plus économe en énergie électrique par l'étude du système de compression mécanique de vapeur. Nous avons équipé la machine de capteur de débit, de température, de pression, d'un compteur de puissance en vue d'acquérir de la connaissance par des mesures en ligne. Nous avons fait varier deux paramètres de contrôle : la surface d'échange par l'essai d'un nouveau faisceau tubulaire et la densité de flux de chaleur par la variation de la vitesse du compresseur en vue d'obtenir le régime de fonctionnement optimal pour le fluide tel que l'eau, c'est-à-dire le débit de distillat maximum et la consommation spécifique minimale.

En premier, l'augmentation de la surface d'échange de 0,7 à 1 m<sup>2</sup> a permis un gain de 22 % sur le débit de production initial de 33 kg/h. En second, les résultats du plan d'expérience à l'eau nous ont conduits à appliquer les facteurs suivants : une vitesse de compresseur de 4000 tr/min, en particulier pour la densité de flux de chaleur, une température de lobes de 120°C, une charge de liquide de 26 kg et une extraction de vapeur fermée pour trouver le régime optimal de l'appareillage CMV. Sous les paramètres de contrôle, pression de saturation 600 mbar, température d'ébullition 86°C et densité de flux thermique 27,8 kW/m<sup>2</sup>, la performance à l'eau du procédé est un débit de 42,2 kg/h et une consommation spécifique de 95 kWh/tee. La valeur de référence calculée sous les conditions d'ébullition nucléée de l'eau pour **k** est 1890 W/m<sup>2</sup>°C. L'opération de concentration des fluides complexes comme les fluides de coupe a été étudiée en fonction de divers critères. Le critère de la qualité de la phase aqueuse nous indique la présence d'une fraction d'huile décantée en surface. La distillation de mélange non miscible eau/huile explique ce résultat de 4 kg d'huile/m<sup>3</sup> de distillat. L'examen approfondi sur la fraction d'huile a permis d'identifier une fraction légère de l'huile de base, présente dans la formulation de départ, selon les méthodes de la viscosité cinématique et de la chromatographie en phase gazeuse. En plus d'une fraction

d'huile, le distillat se trouve en présence d'une quantité d'huile émulsionnée (hydrocarbures totaux 50 mg/l). La DCO enregistrée est de 2000 mg/l, cependant elle peut varier selon les formulations intrinsèques des fluides de coupe. Les valeurs de pH sont dans la gamme de 6 à 9. Le point positif de la phase aqueuse est l'absence de bactéries aérobies due à l'effet de stérilisation réalisé par la température de la vapeur qui atteint 120 °C au niveau des lobes du compresseur (de l'ordre  $10^6$  colonies/ml sont présentes dans les fluides usés). Par contre, la température du distillat après refroidissement est de 80 °C en sortie du procédé.

L'ensemble des critères réglementaires de l'arrêté du 2 février 1998 comme les valeurs d'hydrocarbures totaux, d'huile, de NTK, de DCO et de température exclut parfois le rejet à l'exutoire de la phase aqueuse. L'exclusion n'est pas totale, puisqu'en général les valeurs sont légèrement supérieures. L'objet est de sortir la fraction d'huile, ce qui est assez facile par la mise en place d'une technique membranaire. Quant à la température, le retour vers l'ambiante s'effectue avec le refroidissement normal ou par le passage en technique membranaire. Dans le cas négatif où la phase aqueuse est exclue au rejet, les premiers tests de laboratoires en corrosion et stabilité effectués nous indiquent la possibilité éventuelle d'un recyclage du distillat.

Le transfert de matière sur le critère d'efficacité de séparation eau/huile donne un rendement de 80 %. Il est à noter que l'entraînement vésiculaire est infime. La séparation pour le fluide micro-émulsion est partielle et parfois insuffisante. C'est pour cette raison que nous discuterons de l'ajout d'une technique membranaire en vue d'améliorer la phase aqueuse.

Le calcul du coefficient d'échange thermique global **k** nous a permis d'évaluer le comportement des fluides du point de vue de l'échange de chaleur. La concentration dans le bouilleur des composés organiques montre la diminution des valeurs de **k** de 1890 W/m<sup>2</sup>°C (pour l'eau) à 1580 W/m<sup>2</sup>°C. Ce coefficient d'échange global **k** permet de classer les fluides traités par rapport à l'eau ; plus cette valeur est proche de celle de l'eau, plus il est facile de concentrer le produit. Les valeurs de **k** et du facteur de concentration FC montrent qu'il est plus facile de concentrer un fluide monophasique de type solution (**k**=1780 W/m<sup>2</sup>°C et FC=30) que les fluides biphasiques de type micro-émulsion (**k**=1657 W/m<sup>2</sup>°C et FC=11 ou **k**=1580 W/m<sup>2</sup>°C et FC=5). Les formulations intrinsèques des fluides de coupe participent aussi au comportement de l'échange de chaleur (**k**) et au facteur de concentration (FC). Nous avons observé pour le fluide biphasique la formation d'une phase de gel dans le bouilleur qui rend impossible le traitement. Nous discuterons les paramètres susceptibles d'intervenir et tenterons de valider l'hypothèse émise sur l'influence de la température du procédé qui peut favoriser la formation de gel.



Quelle que soit la valeur du facteur de concentration ( $FC=5$  ou  $10$ ) pour les fluides de type micro-émulsion, la teneur en eau du résidu atteinte est de  $80\%$ . Nous discuterons l'amélioration des faibles facteurs de concentration par l'exemple de l'augmentation du refroidissement sur la réserve de distillat puisque cette dernière pilote le cycle batch.

Des essais sur sites industriels ont mis en évidence l'encrassement, le dépôt de tartre et le film gras sur les parois de l'échangeur. Des nettoyages préventifs qui entraînent un coût de maintenance sont mis en œuvre pour éviter un débit de production de  $0,5\text{ m}^3/\text{jour}$  (diminution de capacité de  $40\text{ m}^3$  au lieu de  $200\text{ m}^3/\text{an}$ ) et une augmentation de la consommation spécifique à  $190\text{ kWh/tee}$ . Nous discuterons comment diminuer l'encrassement. Puisque l'impact de ce dernier diminue la valeur de  $k$  mais aussi le facteur de concentration.

La mise en place au sein d'un atelier du procédé CMV, pour le cas général d'un traitement de  $200\text{ m}^3/\text{an}$  au coût d'élimination de  $152,45\text{ €/m}^3$ , nécessite un coût d'investissement de  $44,97\text{ k€}$  et un coût de fonctionnement de  $9,24\text{ k€}$ . Les valeurs des critères financiers donnent une VAN de  $43,34\text{ k€}$  et un DRI de  $2,7$  ans. L'estimation économique nous informe que le projet est rentable et le risque est de courte durée puisque la VAN est positive et le DRI est très inférieur à l'horizon d'un projet de  $7$  ans. De plus la VAN générée sur le projet permet de récupérer l'investissement initial. L'étude de la performance économique du projet permet à l'industriel de prendre une décision sur l'investissement.

L'implantation d'un traitement par évaporation sous vide, selon l'étude par le modèle global, offre trois perspectives au secteur industriel : le rejet vers l'exutoire ou la réutilisation de la phase aqueuse en fonction des formulations des fluides de coupe et de la nature de la pollution, la réduction du volume d'effluent de  $90\%$  grâce au facteur de concentration de  $10$  et l'économie de  $30\%$  sur le coût de traitement.

## 5.3. PAC

### 5.3.1. Performance à l'eau

Nous allons étudier les valeurs de référence à l'eau et calculer **k** pour l'évaporation de type flash.

#### 5.3.1.1. Valeurs de référence

Nous définissons les conditions opératoires de référence à l'eau déminéralisée avec un appareil propre. La consommation électrique moyenne de l'installation est de 7,65 kW. Le débit d'alimentation de l'installation exact est de 31,5 l/h, comme le débit de distillat. Le calcul du critère de consommation spécifique donne la valeur de 243 kWh/tonne d'eau évaporée selon l'Équation 25.

#### 5.3.1.2 Calcul de k pour l'évaporation « Flash »

Pour réaliser l'évaporation de l'eau sous forme d'un flash, le liquide se transforme brutalement en vapeur, il est nécessaire de surchauffer le liquide à une température supérieure à sa température d'ébullition.

Dans l'évaporation flash de l'Équation 13 l'inconnu est la température de surchauffe ( $T_{\text{surchauffe}}$ ).

L'application numérique est :

$$2000/3600.4185. (T_{\text{surchauffe}} - 36) = 31,5/3600 \cdot 2,4 \cdot 10^6$$

$$T_{\text{surchauffe}} - 36 = 9$$

$$T_{\text{surchauffe}} = 45^{\circ}\text{C}$$

La température de surchauffe est de 45 °C pour obtenir un flux de chaleur de la source chaude  $\phi$  de 21 kW. Nous avons pu effectuer la mesure de température (45°C) sur le circuit à la sortie du faisceau multitubulaire E01 (cf. Figure 24) pour contrôler cette valeur. La valeur estimée par le calcul, représente un ordre de grandeur correct.

Le flux de chaleur amené par le fréon lors de la condensation sous la température de saturation de 50 °C et la surface d'échange du multitubulaire de 0,5 m<sup>2</sup> conduisent au coefficient d'échange thermique global **k** d'après l'Équation 14. L'application numérique est :

$$21 = \mathbf{k} \cdot 0,5 \cdot (50 - 45)$$

$$\mathbf{k} = 8455 \text{ W/m}^2\text{°C}$$

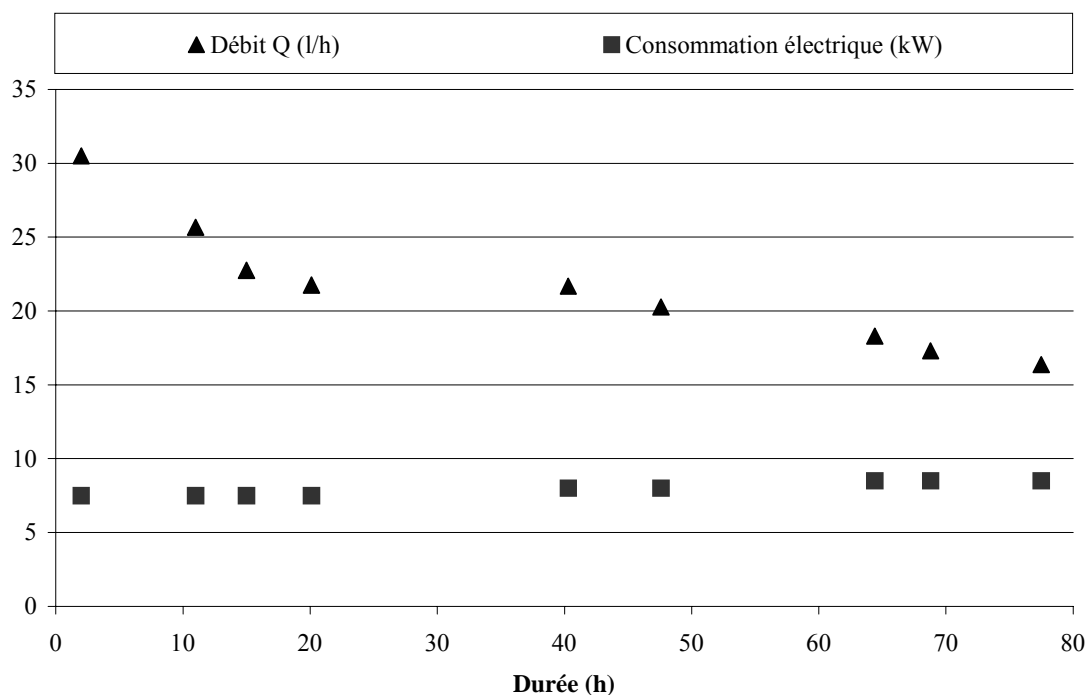
L'évaporation flash de l'eau sous les conditions de 21 kW pour le flux de chaleur, de 58 mbar pour la pression, définit le transfert de chaleur sur la PAC par une température de surchauffe de 45°C et un coefficient d'échange thermique global **k** de 8455 W/m<sup>2</sup>°C.

### 5.3.2. Essai sur les fluides de coupe à concentration constante

#### 5.3.2.1. Cas des fluides biphasiques de type micro-émulsions

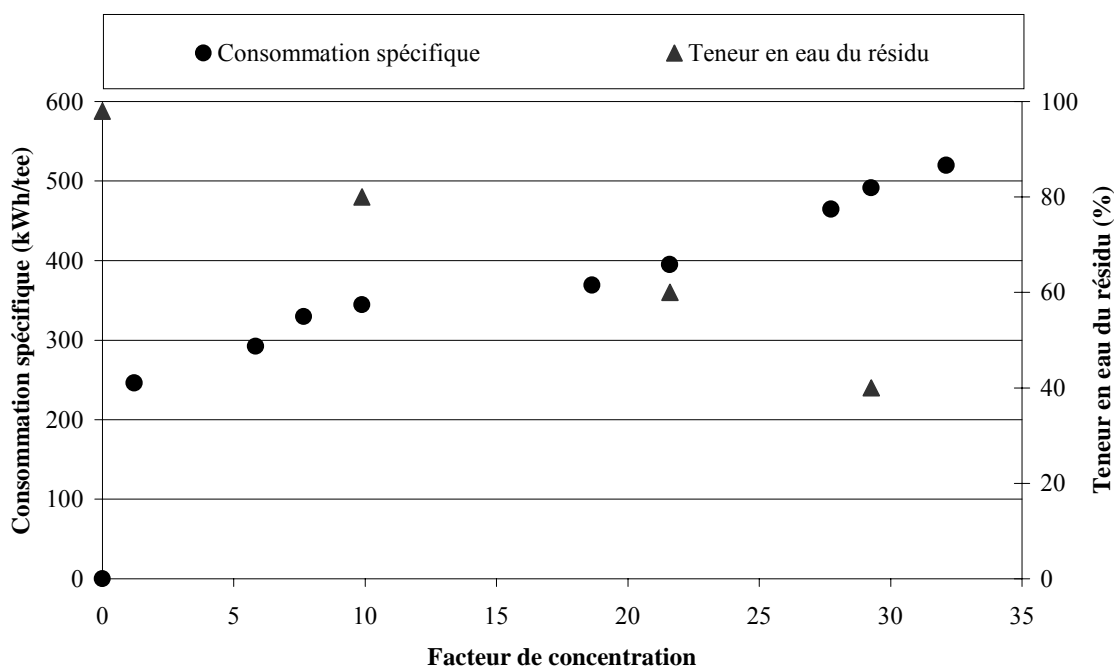
Nous allons suivre l'évapo-concentration du fluide Condat Polybio 150 en détail. Après une étape de démarrage et de mise sous dépression (de 960 mbar à 58 mbar) pour atteindre l'ébullition de l'effluent vers 36 °C, les conditions de pression et température du système mesurées sont stables pour le régime établi.

Pour l'étape de concentration, nous mesurerons le débit et la consommation électrique, présentés en Figure 43. La Figure 44 montre l'évolution de la consommation spécifique et la teneur en eau en fonction du facteur de concentration obtenu. La consommation spécifique est calculée à partir de l'Équation 25. La teneur en eau est contrôlée dans le résidu pour trois régimes de concentration (facteurs de concentration suivants : 10, 20 et 30).



**Figure 43 : Mesures du débit et de la consommation électrique.**

La Figure 43 nous présente les mesures de débit et de consommation électrique effectuées sur la Pompe À Chaleur pendant l'étape de concentration. L'essai total dure 77,5 heures. Le débit diminue tout au long de la concentration de 30,5 l/h au bout de 2 heures à 16,4 l/h en fin d'essai. Entre 2 et 20 heures, le débit diminue plus rapidement et la valeur mesurée est de 21,8 l/h. La consommation électrique évolue légèrement de 7,5 à 8,5 kW au fur et à mesure que le fluide de coupe devient plus concentré en composés organiques. La consommation électrique montre que le système a besoin de plus d'énergie pour évaporer moins d'eau (puisque  $Q$  diminue).



**Figure 44 : Performances techniques PAC.**

Les performances techniques du système PAC sont décrites par la consommation spécifique nécessaire pour évaporer l'eau contenue dans le fluide de coupe et la teneur en eau du résidu obtenu. Le suivi de ces performances va permettre de trouver un régime de fonctionnement optimal en vue de réduire le volume sans rentrer dans des excès de consommation énergétique. Les valeurs de la consommation spécifique sont croissantes de 246 à 520 kWh/tee tandis que la teneur en eau diminue 98 à 40 %.

#### Évolution de la teneur en eau du résidu

La valeur initiale en eau dans l'effluent est estimée par le fournisseur de lubrifiant à 98 %, les autres valeurs sont mesurées selon la méthode de distillation des produits pétroliers [AFNOR NF T60-113, 1986], plus particulièrement pour les facteurs de concentration de 10, 20 et 30. Les résultats d'analyse indiquent des teneurs de 80, 60 et 40 %. Ce qui permet de connaître et d'apprécier l'ordre de grandeur de la consommation spécifique correspondante en fonction de la teneur en eau, 345, 400, et 520 kWh/tee respectivement.

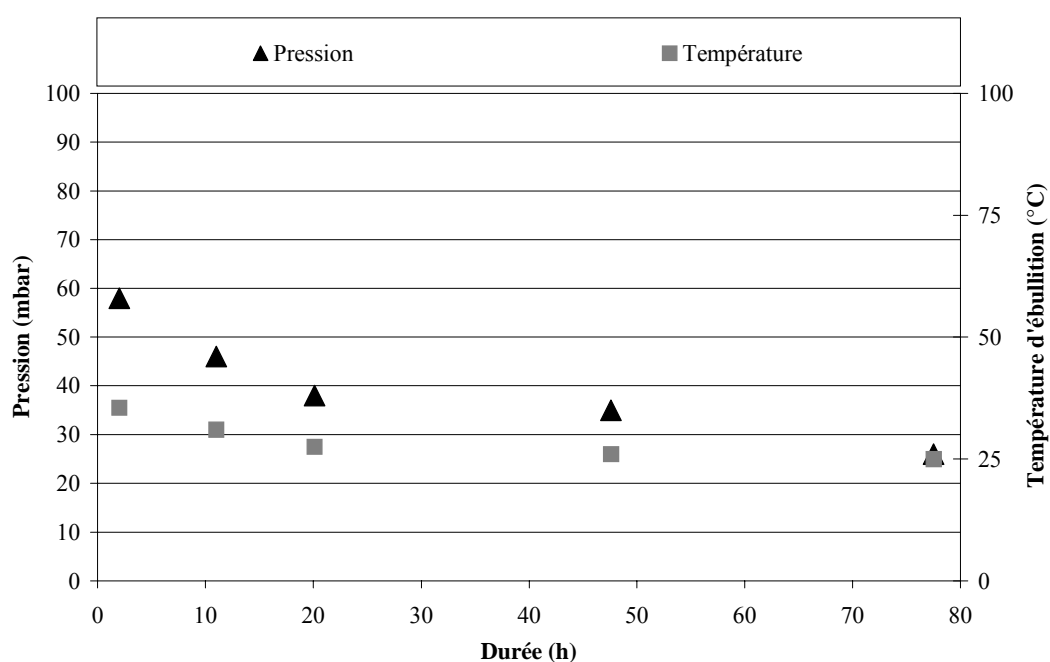
L'établissement d'un régime permanent stable peut être retenu à un facteur de concentration 10. Il suffit de régler la vidange du résidu sur l'automate programmable. Les performances retenues sont à un débit de 21 l/h pour une consommation de 345 kWh/tee et à une teneur en eau de 80 % pour le fluide de type micro-émulsion Polybio 150 Condat.

De manière générale, quand le facteur de concentration augmente, le débit de distillat diminue à cause de l'augmentation de la résistance au transfert de chaleur. La consommation spécifique augmente de 345 à 520 kWh/tonne d'eau évaporée, la teneur en eau du résidu diminue proportionnellement au facteur de concentration, ce qui montre qu'une augmentation du facteur de concentration lors d'une évaporation est énergivore.

Nous constatons que pour le régime de fonctionnement au facteur de 30, le débit est réduit de moitié avec le fluide de type micro-émulsion par rapport au débit à l'eau (31,5 l/h).

Au delà du facteur de concentration 32, il n'est matériellement pas possible de poursuivre l'étape de concentration, vu la viscosité du produit qui entraîne une surchauffe de la pompe et l'arrêt de l'installation. Cependant, le résidu contient encore 40 % d'eau mais nous avons atteint la limite admissible par l'appareillage. Nous examinerons ultérieurement la teneur en eau pour un autre fluide et nous vérifierons si cette condition s'applique de façon identique.

Les conditions du régime d'ébullition sont fournies par la Figure 45 jusqu'à un facteur de concentration de 30 avec une alimentation en fluide de coupe de concentration 5 % .



**Figure 45 : Conditions d'ébullition.**

En Figure 45, au fur et à mesure de l'étape de concentration, la pression diminue progressivement de 58 mbar à 26 mbar (la température de 35,5 à 25 °C). Comme vu précédemment en Figure 43, le débit massique diminue, donc le volume de vapeur pour la même pression de saturation diminue également.

Le système PAC grâce au dispositif Venturi aspire toujours le même volume de vapeur, ce qui a tendance à déplacer le point de régime vers une pression plus faible, en vue de conserver le même volume de vapeur pour un débit massique de distillat plus faible. Plus la concentration augmente, plus la pression va avoir tendance à diminuer.

Sous les conditions d'ébullition de la PAC (58 mbar et 36 °C), il n'y a pas de formation de gel lors de la concentration par évaporation du fluide Polybio 150. Comme la température doit avoir une influence notable sur la position de la zone de gel des diagrammes ternaires décrits par Poré [Poré, 1976], il n'est pas étonnant que les essais menés à basse température d'ébullition offrent la possibilité d'extraire une importante fraction d'eau (environ 60 %) sans que le fluide se trouve instable.

La manipulation consiste à établir plusieurs régimes permanents où nous choisissons le facteur de concentration en vue de connaître les performances en termes de débit et de consommation spécifique. Pour un fluide de type micro-émulsion, possédant une forte concentration d'huile (environ 40 % dans le concentré), nous allons examiner les capacités de l'appareillage à une concentration d'alimentation de 5 % pour le fluide neuf et pour son fluide usé fourni par la société NFM.

Nous avons stabilisé le régime pendant 24 heures sur le fluide neuf Elf Emulself G3EAB. Le débit diminue en fonction de la concentration et forme un palier pendant le régime permanent en Figure 46. Nous avons mené cinq régimes permanents pour différents facteurs de concentration de 5 à 20. Plus le facteur de concentration augmente (de 5 à 20) et plus le débit diminue (de 26 à 14,4 l/h).

A chaque régime permanent, nous avons prélevé 100 litres de distillat que nous avons ultrafiltré en vue de séparer la fraction émulsionnée dans le but d'avoir un milieu monophasique pour effectuer la mesure de la DCO avec une excellente répétabilité. Pour l'ensemble des facteurs de concentration, la valeur de DCO du perméat obtenue à partir du distillat est de 0,6 g/l.

Le pilotage de la PAC permet d'établir un régime permanent et de poursuivre le fonctionnement de manière stabilisée (débit, consommation électrique) lorsque les grandeurs d'entrées restent inchangées, comme la concentration d'alimentation.

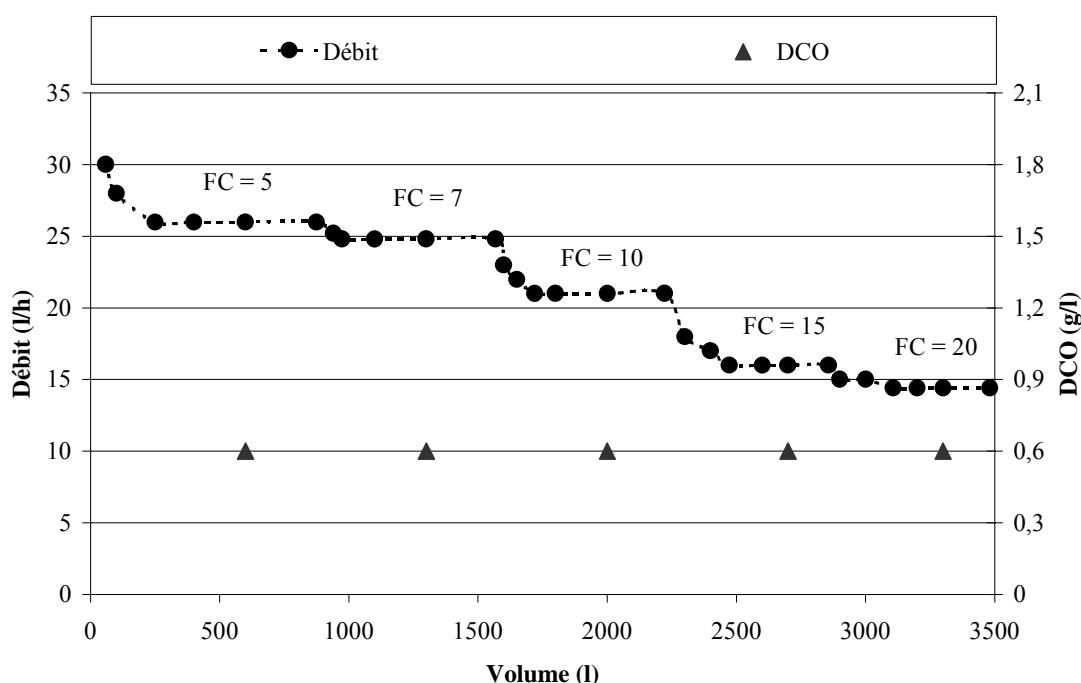


Figure 46 : Régimes permanents.



Aux divers régimes permanents, nous avons mesuré le débit et la consommation électrique en vue de calculer la consommation spécifique. Le Tableau 20 décrit ces diverses valeurs, ainsi que la teneur en eau du résidu et la teneur en hydrocarbures totaux du distillat.

Les régimes permettent de faire le choix du facteur de concentration à partir de la connaissance acquise sur les performances du système.

**Tableau 20 : Régimes permanents du fluide neuf Elf.**

<b>Facteur de concentration</b>	<b>Débit (l/h)</b>	<b>Résidu teneur en eau (%)</b>	<b>Consommation électrique (kW)</b>	<b>Consommation spécifique (kWh/tee)</b>	<b>HCT* (mg/l)</b>
5	26	80	7,5	290	50
7	24,8	70	7,5	300	50
10	21	60	8	380	30
15	16	40	8,5	530	20
20	14,4	20	8,5	590	10

HCT\* : Hydrocarbures totaux

Au facteur de concentration de 5, le débit est de 26 l/h, la teneur en eau du résidu de 80 %, la consommation électrique de 7,5 kW pour une consommation spécifique de 290 kWh/tee. Lorsque le facteur de concentration augmente (de 5 à 20), le débit diminue (de 26 à 14,4 l/h), ainsi que la teneur en eau du résidu (sortie de l'évaporateur) diminue également (de 80 % à 20 %) ; par contre la consommation électrique augmente légèrement (de 7,5 à 8,5 kW) ainsi que la consommation spécifique calculée (290 à 590 kWh/tee).

Au facteur de concentration de 10, le débit est de 21 l/h, la teneur en eau obtenue sur le résidu est de 60 %, la consommation électrique est de 8 kW, la consommation spécifique du système est de 380 kWh/tee.

Nous constatons qu'il est possible de concentrer les fluides de type micro-émulsion jusqu'à des teneurs en eau très faible, de l'ordre de 20 %. Notons que pour ce point de fonctionnement, le débit est de 14,4 l/h et la consommation spécifique de 590 kWh/tee. Ce qui montre qu'il est possible d'extraire l'eau contenue dans le fluide de coupe de départ mais la dépense énergétique devient considérable (elle double par rapport à la valeur de référence à l'eau qui est de 243 kWh/tee).

Cet essai montre qu'avec un appareillage Pompe À Chaleur il est possible d'extraire une fraction d'eau importante.

Cependant nous nous intéresserons du point de vue industriel à un fonctionnement économique rentable (sans créer de coûts de maintenance abusifs).

La méthode des hydrocarbures totaux semble suffisamment appropriée lorsque le distillat est un milieu biphasique (mélange émulsionné eau/huile). Les valeurs ont tendance à diminuer de 50 à 10 mg/l (effet de la pression). Nous retenons l'ordre de grandeur de 50 mg/l.

Comme le montre l'ensemble des essais expérimentaux effectués, suivant la formulation de départ des micro-émulsions, il est possible de les concentrer d'un facteur de 20 à 30. Nous tenterons de répondre en terme de rentabilité dans la partie économique (cf. 5.3.7.2. - Influence du facteur de concentration).

La concentration maximale réalisée sur l'appareillage pour le fluide de coupe neuf Elf Emulself G3EAB est un facteur de concentration de 20, ce qui correspond au concentré initial de départ.

Nous avons effectué, dans les mêmes conditions expérimentales, l'évapo-concentration du fluide usé, l'ensemble des résultats en termes de débit, teneur en eau et consommation spécifique sont identiques. Les valeurs ne seront donc pas présentées.

Le résidu final obtenu sur le fluide neuf contient une teneur en eau de 20 % mesurée par la méthode de distillation azéotropique eau-xylène. Remarquons que le produit concentré de départ, quant à lui contient 15 % d'eau (valeur donnée par le fournisseur et mesurée par la méthode), nous constatons que nous sommes dans le même ordre de grandeur.

Après décantation du résidu provenant du fluide usé, nous avons distingué deux phases et pu mesurer 25 % d'huile décantée en surface. Après homogénéisation par agitation de l'échantillon, la teneur en eau globale est de 20 %.

Cependant, la méthode de mesure permet de situer la teneur en eau malgré quelques imprécisions (quantité d'échantillon, lecture de la graduation qui donne le pourcentage).

Il faut noter que les propriétés physiques des fluides de coupe leur confèrent une valeur limite en viscosité [Tadros, 1988]. Cet aspect est constaté à partir d'un facteur de concentration de 20 dont la valeur du concentré est de 5 %. Il est impossible de poursuivre l'essai avec le matériel utilisé. Dans ces conditions spéciales, la pompe de circulation n'a pas assez de puissance pour faire circuler le liquide visqueux obtenu. Un moteur plus important permet d'y arriver mais semble contraire à l'effet souhaité par l'augmentation de la consommation électrique.

Plus le fluide se concentre, plus la résistance au transfert de chaleur augmente et plus il est difficile d'évaporer de l'eau dans ces conditions opératoires.

Les deux fluides de coupe choisis permettent d'établir les performances de la pompe à chaleur. Pour un résidu obtenu dont la teneur en eau est de 40 %, le facteur de concentration varie du simple au double (de 15 à 30 entre Elf et Condat).

#### Remarques

Les fournisseurs de produits nous ont indiqué que la viscosité évoluait lors de la variation de la teneur en eau du fluide de coupe, mais ils n'ont pas quantifié les valeurs des fluides étudiés.

La viscosité d'une émulsion huile/eau diminue au moment d'une inversion des phases interne et externe (huile dans l'eau devient eau dans l'huile) [D'Hollander, 1995].

La viscosité augmente mais il peut y avoir une valeur limite pour laquelle la valeur de la viscosité chute. Ce type d'information sommaire est présente dans une publication de Tadros [Tadros, 1988], mais insuffisante pour tirer des résultats précis. À titre qualitatif, nous avons constaté que la viscosité atteinte par le résidu, vers des teneurs en eau inférieures à 40 %, entraîne la surchauffe de la pompe de circulation et l'arrêt. Les résultats distincts suivant la formulation (teneur en huile et en composés organiques) du fluide montrent que les viscosités sont susceptibles de favoriser la concentration jusqu'à des teneurs en eau plus faibles.

Il est difficile de mener une étude spécifique sur les fortes concentrations et sur les propriétés thermohydrauliques des fluides de coupe.

En vue des résultats, c'est à partir des facteurs de concentration de 15 et 20 que les propriétés de l'effluent évoluent fortement (masse volumique, viscosité,...) et augmentent ainsi la résistance au transfert de chaleur. Il faut noter que le débit est inférieur de moitié (par rapport à celui des essais avec de l'eau déminéralisée) et nécessite une consommation spécifique supérieure (plus de 500 kWh/tee).

#### 5.3.2.2. Cas du fluide monophasique de type solution

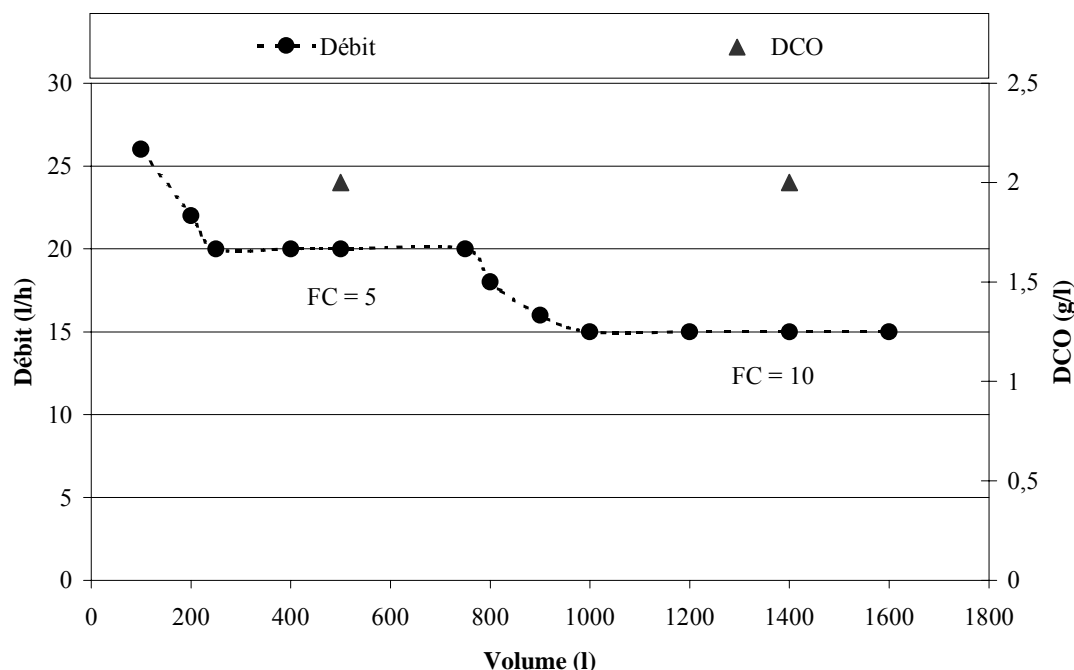
Il faut noter que pour le traitement du fluide de type solution Motul à la concentration de 5 %, celui-ci offre un débit important lorsqu'un facteur de concentration 10 est atteint. Pour un débit de 30,6 l/h, la consommation spécifique est de 246 kWh/tee, il faut reconnaître que ces valeurs sont très proches de la valeur maximale admissible pour l'eau. Ces conditions d'utilisation satisferont avec certitude la rentabilité économique.

Nous avons choisi d'arrêter l'investigation, sachant que les fluides de types solutions avaient déjà atteint de très bonnes performances en évaporation CMV.

#### 5.3.3. Essai sur les fluides de coupe à concentration variable

Les essais à concentration variable ont été effectués dans le but de connaître le facteur de concentration admissible et la qualité des phases aqueuses.

La Figure 47 montre les résultats obtenus pour la concentration de 10 % de concentré en fluide de coupe dans le flux d'alimentation. Nous avons réalisé deux régimes permanents, au facteur de concentration de 5 et 10. Les débits sont respectivement 20 et 15 l/h. La DCO mesurée sur un échantillon de 100 litres après ultrafiltration (membrane céramique de 50 nm) donne une valeur de 2 g/l. Afin de cerner les différences, nous allons comparer les valeurs du même fluide en fonction de la concentration en concentré contenu dans l'alimentation de l'évaporateur.



**Figure 47 : Résultats pour une concentration de 10 %.**

Le Tableau 21 récapitule les résultats en termes de débit de production et de DCO suivant la concentration appliquée à l'alimentation du fluide neuf Elf qui est de 5 et 10 %.

**Tableau 21 : Comparaison des résultats en fonction de la concentration d'alimentation.**

	Q (l/h)			
Concentration	FC = 5	FC = 10	FC = 20	DCO (g/l)
5 %	26	21	14,4	0,6
10 %	20	15	-	2

Nous observons des écarts de débit pour des facteurs de concentration identiques. Cependant, à la concentration de 10 %, il n'a pas été possible techniquement pour la PAC de réaliser le facteur de concentration de 20 (surchauffe de la pompe après le facteur de concentration de 10). Le débit est identique de l'ordre de 20 l/h au facteur de concentration de 5 (concentration d'alimentation de 10 %) et 10 (concentration d'alimentation de 5 %). La concentration influence la DCO. Quand la concentration en concentré augmente de 5 à 10 %, la DCO du distillat augmente de 0,6 à 2 g/l.

Il faut noter que la consommation spécifique reste élevée de 400 kWh/tee (FC =5) et 533 kWh/tee (FC =10) mais le traitement demeure possible.

L'ensemble des essais à concentration variable nous a confirmé la variation du simple au double du facteur de concentration. Le débit de production est cependant faible, de moitié par rapport à la référence à l'eau, pour un facteur de concentration de 10, avec une alimentation à 10 %. Le travail qui a été réalisé a permis de montrer les limites de la PAC lors de la concentration des fluides de coupe de type micro-émulsion.

### 5.3.4. Transfert de chaleur

#### 5.3.4.1. Variation du débit

La concentration d'une micro-émulsion modifie le débit. Nous allons calculer les valeurs du coefficient d'échange global  $k$ , à l'aide de la variation du débit relevée pendant les divers régimes permanents.

Le Tableau 22 présente l'ensemble des valeurs du calcul de la densité de flux thermique  $\phi$  à la valeur de  $k$ . L'évolution de la concentration du fluide de coupe est suivie grâce au couple : pression de saturation, température d'ébullition. Le débit  $Q$  est mesuré, par contre le débit de la pompe de circulation  $Q_{\text{circulation}}$  est estimé par les caractéristiques du matériel à 2000 l/h. Le calcul est mené dans un premier temps avec  $Q_{\text{circulation}}$  constant. Puis comme la viscosité du résidu augmente fortement vers des facteurs de concentration de 20 et 30, nous avons fait le choix de diminuer progressivement la valeur de 2000 à 1000 l/h, pour être le plus fidèle au phénomène physique (la perte de charge augmente par concentration des composés organiques et le débit de circulation diminue).

La température de surchauffe est calculée selon Équation 13.

Tableau 22 : Valeurs du coefficient d'échange global  $k$ .

$P_{\text{saturation}}$ (mbar)	$T_{\text{ébullition}}$ (°C)	$Q$ (l/h)	$Q_{\text{circulation}}$ (l/h)	$\phi$ (kW)	$T_{\text{surchauffe}}$ (°C)	$K$ (W/m <sup>2</sup> °C)
58	36	31,5	2000	21,0	45,0	8455
58	35,5	30,5	2000	20,3	44,2	7070
46	31	25,7	2000	17,1	38,4	2950
38	27,5	21,8	2000	14,5	33,8	1790
35	26	20,3	2000	13,5	31,8	1490
26	25	16,4	2000	10,9	29,7	1080
35	26	20,3	1500	13,5	33,8	1670
26	25	16,4	1000	10,9	34,4	1400

Le couple pression-température diminue de 58 à 26 mbar et de 36 à 25 °C, la concentration en composés organiques diminue, le débit  $Q$  diminue de 31,5 à 16,4 l/h, la densité de flux  $\phi$  diminue de 21 à 10,9 kW. La température de surchauffe qui permet le flash du liquide diminue aussi de 45 à 34,4 °C mais nous conservons un écart de température avec l'ébullition d'environ 10°C. La valeur de  $k$  diminue de 8455 à 1080 W/m<sup>2</sup>°C, lorsque le débit de circulation est constant à 2000 l/h. La correction de ce débit nous amène à augmenter légèrement les valeurs de  $k$  de 200 à 400 W/m<sup>2</sup>°C supplémentaires aux valeurs inscrites de 1490 et 1080 W/m<sup>2</sup>°C pour être proche des conditions réelles.

Les trois derniers régimes permanents aux densités de flux thermique  $\phi$  de 14,5 ; 13,5 et 10,9 kW (FC =10, FC=20, FC=30) donnent les valeurs suivantes de 1790, 1670 et 1400 W/m<sup>2</sup>°C. Nous constatons que la résistance au transfert de chaleur augmente considérablement dès que l'on atteint un facteur de concentration de 10 puisque la valeur de  $k$  diminue de 8455 à 1790 W/m<sup>2</sup>°C.

Lors de la concentration, la résistance au transfert de chaleur augmente, ce qui a pour conséquence de diminuer le débit d'eau évaporée et le coefficient global d'échange  $k$ .

#### 5.3.4.2. Résistance par encrassement

Une investigation sur site industriel nous a permis d'effectuer des essais sur une période d'un mois (concentration d'effluent huileux). Nous avons examiné l'état de surface de l'échangeur multitubulaire. Après une simple circulation d'eau dans le circuit, il apparaît un encrassement faible puisque la mesure de débit  $Q$  obtenue est de 29,5 l/h (l'échangeur propre est de 31,5 l/h). Après démontage, nous n'avons pas constaté de dépôt de tartre, seulement un léger film gras mais pas de dépôt de produits organiques de décomposition. Le brossage des tubes sur toute la longueur permet de réaliser un nettoyage de façon mécanique. Un nettoyage de type chimique à l'acide nitrique est effectué en vue de nettoyer l'ensemble des surfaces comme la cuve du bouilleur. La manutention mise en œuvre est simple et rapide, ce qui est un avantage pour l'opérateur.

Nous avons calculé la résistance d'encrassement  $R$  à partir de la valeur de  $k_p$  (échangeur propre 8455 W/m<sup>2</sup>°C) et de la valeur obtenue de  $k$  pour le film gras (6511 W/m<sup>2</sup>°C). La valeur de  $R$  est  $3,5 \cdot 10^{-5}$  m<sup>2</sup>°C/W, l'ordre de grandeur montre une résistance très faible sous les conditions de service. La surface d'échange où s'effectue le transfert de chaleur s'encrasse faiblement lors du traitement des fluides de coupe. Le Tableau 23 résume l'ensemble des valeurs.

Tableau 23 : Calcul de la résistance à l'encrassement **R**.

État de l'échangeur multitubulaire	Propre	Film gras
Débit <b>Q</b> (l/h)	31,5	29,5
<b>k</b> (W/m <sup>2</sup> °C)	8455	6511
<b>R</b> (m <sup>2</sup> °C/W)	-	3,5 .10 <sup>-5</sup>

### 5.3.5. Qualité de la phase aqueuse

Par les caractéristiques, nous décrivons la qualité de la phase aqueuse. Ensuite, nous examinerons la fraction d'huile trouvée dans le distillat. Enfin, nous tenterons de réutiliser la phase aqueuse.

#### 5.3.5.1. Caractéristiques

Nous avons mesuré le pH, la DCO, le NTK et la contamination bactérienne en vue de savoir si la phase aqueuse est conforme au rejet vers l'exutoire, grâce à une pression de service faible (hypothèse développée en conclusion de l'évaporateur CMV). Dans ce paragraphe, nous faisons l'examen des valeurs seuils énoncées par l'Arrêté du 2 février 1998 [Arrêté, 1998] et le distillat obtenu.

La mesure de la DCO est effectuée par la méthode colorimétrique rapide du matériel Hach.

La teneur en azote (NTK) de Kjeldahl est réalisée par la méthode spectroscopique au réactif de Nessler [Rodier, 1984].

#### Micro-émulsion

Elf

L'évaporation de l'eau contenue dans le fluide de coupe à 5 %, donne une valeur du pH de 6,5. La DCO est de 600 mg/l. La teneur en hydrocarbures totaux est de 50 mg/l. La teneur en azote est de 5 mg/l.



#### Condat

L'évaporation de l'eau, contenue dans le fluide de coupe à 5 % et 10 %, donne les valeurs de pH respectives égales à 7,6 et 9,3. Les valeurs de DCO ultrafiltré sont 700 et 2000 mg/l. La teneur en hydrocarbures totaux est de 50 mg/l. La teneur présente en azote est de 32 et 104 mg/l.

La concentration d'alimentation influence la qualité du distillat par le mécanisme de distillation de liquides miscibles.

Les distillats des fluides de type micro-émulsion contiennent de l'huile par distillation de mélange non-miscible ; sous forme d'une part, décantée en surface (environ 0,3 kg/mètre cube de distillat) et d'autre part, très faiblement émulsionnée (de l'ordre de 30 mg/l).

Les distillats issus des micro-émulsions après l'évaporateur ne sont pas conformes aux valeurs de rejet en station d'épuration par le fait d'une faible quantité d'huile.

La législation nous informe que pour un rejet en station, la valeur de pH doit être comprise entre 5,5 et 8,5 ; les distillats dans les cas moyens étudiés sont dans cette gamme.

Les fluides de coupe sont particulièrement sensibles à la contamination bactérienne du fait de la présence de composés biodégradables. Après évaporation des fluides usés, les distillats contiennent des bactéries environ  $10^4$  colonies /ml. En effet, la stérilisation n'est pas possible du fait de la faible valeur de la température d'ébullition.

La faible pression de service de l'évaporateur PAC ne permet pas le rejet direct en station d'épuration. La présence de 0,03 % d'huile décantée et de 30 mg/l d'hydrocarbures totaux [AFNOR NFT XP T90-114, 1997] (fraction faiblement émulsionnée) semble interdire le rejet vers le réseau collectif et le milieu naturel.

De plus, la présence de bactéries peut limiter la valorisation des distillats.

Seule l'addition d'une technique membranaire en vue de séparer l'huile et les bactéries permettrait le rejet vers une station d'épuration.

#### 5.3.5.2. Fraction d'huile

Nous allons décrire les huiles minérales en fonction des mesures de viscosité cinématique et de la courbe de distillation dans le but de montrer que l'huile évaporée est une fraction légère de l'huile de base.

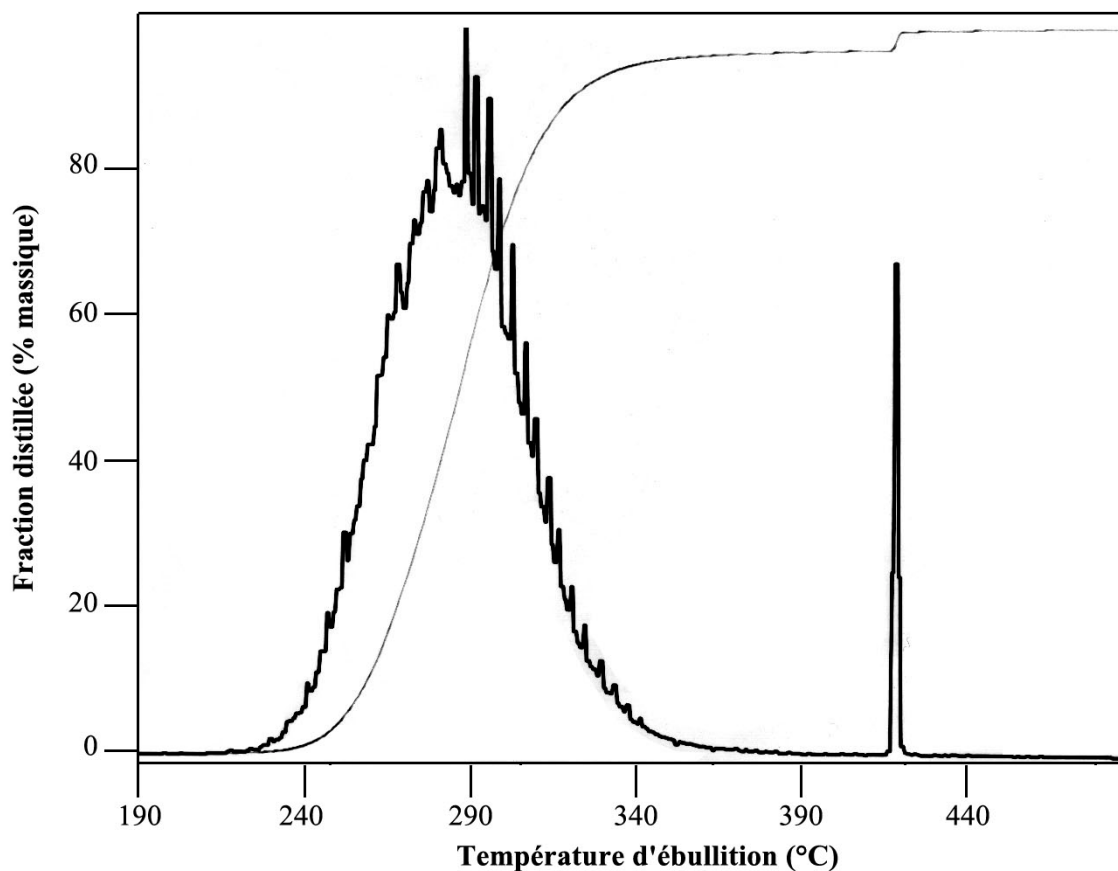
### Viscosité

Les mesures de viscosité cinématique sont réalisées sur un viscosimètre à tube capillaire de type Ubbelohde (référence B196) [Viscosimètre capillaire, 1974]. Le tube est placé dans un bain thermostaté à  $40,00 \pm 0,02^\circ\text{C}$ . L'huile évaporée est de couleur jaune clair. Le volume d'échantillon étudié est de 40 ml. Les résultats des mesures suivant la norme AFNOR NFT 60-100 [AFNOR NFT 60-100, 1994] sont  $23 \text{ mm}^2/\text{s}$  pour l'huile de base naphénique et  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  pour l'huile évaporée. La viscosité est là encore plus faible, ce qui atteste la présence d'une fraction légère.

### CPG

La courbe de distillation (exprimée en pourcentage massique d'huile distillée en fonction de la température d'ébullition) de l'huile évaporée (échantillon PAC) est obtenue selon la norme [ASTM D 2887, 1993] (cf. 5.2.5.2.).

La distillation d'huile (Figure 48) sur chromatographie en phase gazeuse (CPG) débute à la température de  $226,4^\circ\text{C}$  et finit à  $419,6^\circ\text{C}$ .



**Figure 48 : Huile PAC.**

L'huile évaporée est dans une gamme de température de 265 à 302 °C pour le pourcentage distillé supérieur à 60 % massique.

Une gamme plus restreinte de température pour l'échantillon d'huile évaporée par rapport à l'huile de base (cadre de température de 290 à 356 °C, cf. Figure 40 : Huile de base.) indique que nous sommes à nouveau en présence d'une fraction légère.

Les deux informations, la viscosité et la courbe de distillation, confirment la présence d'une fraction légère d'huile par rapport à l'huile de base naphénique.

#### 5.3.5.3. Test de recyclage

Nous allons étudier la possibilité d'économiser la ressource hydrique en utilisant la phase aqueuse et vérifier si le nouveau fluide de coupe répond aux exigences en termes de stabilité et de corrosion.

Le test de moussage sur les phases aqueuses est positif, phénomène dû à l'absence de sels de dureté dans l'eau condensée. L'analyse des ions calcium et magnésium au spectromètre d'émission ICP [ISO 11 885, 1996] donne des valeurs très faibles de 1 mg/l.

Des tests de stabilité (NF -T 60-187) sont réalisés sur les micro-émulsions «recyclées», pour la concentration de 5 %, constituées d'un mélange de distillat et de concentré (soit 50 ml de produit concentré dans 1 litre de distillat). Nous avons constaté que la micro-émulsion est stable.

Les tests de corrosion, norme IP- 287 [IP 287, 1978], effectués sur les fluides de type émulsion montrent l'absence de points de corrosion sur le papier filtre.

La présence de bactéries dans le distillat a pour effet d'ensemencer en micro-organismes le nouveau fluide neuf. Cet aspect est très nuisible pour la durée de vie du fluide de coupe. Il est possible de s'affranchir de cette pollution bactérienne par l'addition de biocide ou l'utilisation d'une technique de filtration membranaire. Cet aspect est à surveiller lors de la réutilisation dans un atelier.

#### 5.3.6. Efficacité de séparation

L'efficacité de séparation comprend la distillation de mélange eau-huile et de l'entraînement mécanique de gouttes sous les conditions opératoires de la PAC. Dans le dernier paragraphe nous donnerons le rendement massique de la séparation eau-huile.

#### 5.3.6.1. Distillation d'un mélange non-miscible

Le calcul théorique d'après Wuithier [Wuithier, 1958] a été développé (cf. Chapitre Méthodologie).

Nous allons comparer la quantité d'huile évaporée à celle calculée.

Les tensions de vapeur des corps purs sont les suivants à 36°C [Elf, 1998] :

$P^{\circ}_{\text{huile}} = 0,004 \text{ mbar}$  et  $P^{\circ}_{\text{eau}} = 58 \text{ mbar}$ .

Les masses molaires des corps purs sont :  $M_{\text{huile}} = 283 \text{ g/mol}$  et  $M_{\text{eau}} = 18 \text{ g/mol}$ .

Le calcul théorique de l'entraînement vapeur, nous indique que 1 000 kg d'eau d'un mélange eau-huile sont nécessaires pour distiller 1,1 kg d'huile sous la pression de saturation de 58 mbar.

A l'issue de l'essai expérimental, le bilan massique d'huile recueillie est d'environ 0,3 kg pour 999,7 kg d'eau.

Nous constatons que la quantité évaporée est inférieure au calcul théorique de Wuithier.

Il y a plusieurs raisons à cela, d'une part, la pression de saturation de l'évaporateur a diminué lors de la concentration (valeur inférieure à 58 mbar), d'autre part, les données de tension de vapeur sont difficiles à estimer pour les faibles températures (valeur inférieure à 36°C).

#### 5.3.6.2. Entraînement mécanique de gouttes

Dans ce paragraphe, nous allons étudier l'importance du primage, l'entraînement vésiculaire de gouttes vers le distillat, sous la pression de service de l'évaporateur. Nous calculons en premier, le débit volumique et en deuxième, la vitesse de la vapeur. En troisième, nous examinerons l'analyse du bore sur la phase aqueuse.

L'entraînement des gouttes est effectué par le courant ascendant du débit de vapeur. Nous constatons l'évolution du couple pression et débit de vapeur, lors de la concentration en composés organiques dans le bouilleur. L'équilibre du couple se déplace, la pression de service diminue de 58 à 31 mbar, mais le débit volumique de vapeur générée est quasi-identique de 800 à 700 m<sup>3</sup>/h (débit de distillat de 31 à 16 kg/h), cf. Équation 6 : Loi des Gaz Parfaits.

La vitesse de circulation de la vapeur dans le séparateur de gouttes se calcule par la section de passage de l'enceinte d'évaporation. La section de la chambre d'évaporation est de  $0,2 \text{ m}^2$  (diamètre 500 mm), le débit volumique de vapeur est  $800 \text{ m}^3/\text{h}$ , la vitesse de circulation est donc de  $1,1 \text{ m/s}$  (cf. Équation 5 : Débit volumique en fonction de la vitesse [Cengel, 1998].).

La quantité de bore mesurée par spectromètre d'émission ICP [ISO 11 885, 1996] est de  $1 \text{ mg/l}$  dans le distillat, sous les conditions opératoires d'évaporation de 31 mbar et  $25^\circ\text{C}$  de la micro-émulsion Condat Polybio 150 (l'alimentation contient initialement  $500 \text{ mg/l}$ ). Le pourcentage établi est de  $0,02 \%$ . La quantité d'huile estimée ( $4 \text{ mg/l}$ ) reste infime puisque la mesure d'hydrocarbures totaux (HCT) sur la phase aqueuse est de  $30 \text{ mg/l}$ .

En résumé

---

L'impact de l'entraînement mécanique sur l'efficacité de séparation pour une vitesse de la vapeur de  $1,1 \text{ m/s}$  dans le procédé PAC est négligeable sous les conditions de pression de saturation 58 mbar et de débit volumique de  $800 \text{ m}^3/\text{h}$ . De plus, la conception technique de l'évaporateur permet de s'affranchir de ce mécanisme d'entraînement de gouttes, puisque la vapeur passe par un étage de garnissage en anneaux dont le but est de jouer un rôle de cible aux impacts des gouttes entraînées.

---

#### 5.3.6.3. Rendement

L'évaporateur PAC, à la température d'ébullition de  $36^\circ\text{C}$ , favorise l'évaporation de l'huile présente dans les micro-émulsions qui se retrouvent d'une part, après une phase de repos relarguée en surface du distillat (de l'ordre de quelques centaines de milligrammes) et d'autre part, en fraction émulsionnée dans le distillat (de l'ordre de 30 ppm par la méthode de dosage des hydrocarbures totaux [AFNOR NFT XP T90-114, 1997]).

Nous allons déterminer l'efficacité de séparation du mélange eau/huile. Nous avons constaté que l'entraînement mécanique de gouttes d'huile est négligeable. L'équation du bilan matière sur l'huile établit que l'intrant (l'alimentation en fluide de coupe) est égal à l'extrait (le distillat et le résidu). Nous prenons l'unité à la tonne d'eau.

La quantité d'huile à l'alimentation pour les micro-émulsions varie de 9 à 18 kg. La quantité recueillie expérimentalement côté distillat est de 0,3 kg et la fraction d'huile émulsionnée globale est d'environ 30 g. Le reste de la quantité d'huile du bouilleur se retrouve dans le flux de sortie côté résidu.

Le rendement massique de séparation est de 96 % à 98 %. Une très faible quantité de l'huile, présente dans un fluide de coupe, est susceptible de se retrouver dans le distillat par évaporation sous les conditions de 36°C et 58 mbar.

La séparation de l'huile est quasiment totale sous ces conditions d'évaporation.

Le résultat expérimental valide l'hypothèse que nous avons faite concernant la distillation de mélange non-miscible : lorsque la pression de saturation diminue (entre 600 mbar et 58 mbar), la tension des corps purs diminue aussi (de 0,2 mbar à 0,004 mbar pour l'huile), la quantité d'huile évaporée diminue. Une pression de service faible augmente l'efficacité de séparation en évaporation pour le mélange eau/huile.

### 5.3.7. VAN/DRI

L'étude des critères financiers s'effectue, pour le cas général, dans des conditions moyennes de fonctionnement, par exemple, avec un facteur de concentration de 10. Ensuite, nous avons examiné l'influence du facteur de concentration sur la performance économique.

#### 5.3.7.1. Cas général

La pompe à chaleur est un matériel industriel disponible sur le marché. Nous allons présenter les différents coûts de l'investissement au fonctionnement pour en déduire la rentabilité (VAN) et le risque (DRI).

L'investissement global est de 48,02 k€, le coût comprend le prix de la machine 37,35 k€, le matériel de pré et post traitements 4,57 k€ et le génie civil 6,10 k€. La maintenance sur ce type d'appareillage est faible, environ 0,76 k€/an, comme nous avons pu le constater lors de nos nombreuses périodes d'essais.

Au coût moyen d'élimination fixé à 152,45 € et au volume d'effluent fixé à 196 m<sup>3</sup>, le projet est rentable puisque pour un investissement de 32,95 k€ et dépenses de fonctionnement de 7,47 k€ (énergie 3,66 k€, élimination du résidu 3,05 k€, maintenance 0,76 k€), le gain de la VAN est de 45,43 k€, le DRI de 2,7 ans et le TIR de 31 %.

## 5.3.7.2. Influence du facteur de concentration

Nous avons introduit dans l'étude l'influence du facteur de concentration pour un le fluide de type micro-émulsion afin de trouver le compromis technique et économique d'une PME.

L'influence de la concentration a pu être déterminée de manière précise avec l'établissement de régime permanent de fonctionnement sur la PAC ; ce qui a permis de donner un débit et une consommation spécifique aux divers facteurs de concentration.

Le Tableau 24 présente les données du procédé et les résultats du calcul économique pour un coût d'élimination de 152,45 €. Les données du procédé (le facteur de concentration, le débit et la consommation spécifique) pour la concentration d'un fluide de type micro-émulsion sont englobées dans le calcul économique pour extraire une valeur de VAN (sur un horizon de projet de 7 ans) et un DRI.

**Tableau 24 : Performances économiques du procédé pompe à chaleur en fonction de la concentration.**

<b>Facteur de concentration</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	<b>30</b>
Débit (l/h)	24,7	21,3	17,5
Consommation spécifique (kWh/tonne traitée)	295	375	480
Volume (m <sup>3</sup> )	196	168	138
VAN (k€)	46,04	36,43	22,41
DRI (ans)	2,7	2,9	3,7

De manière globale, lorsque le facteur de concentration augmente de 10 à 30, le débit de traitement diminue de 24,7 à 17,5 l/h, donc le volume à traiter sur 330 jours de fonctionnement diminue de 196 à 138 m<sup>3</sup>. La consommation spécifique augmente de 295 à 480 kWh/tonne traitée, la teneur en eau du résidu diminue proportionnellement au facteur de concentration.

La valeur de la VAN est positive sur l'horizon de projet, elle diminue de 46,04 à 22,41 k€, tandis que le DRI augmente de 2,7 à 3,7 ans.

Pour un volume de  $196 \text{ m}^3$  et un facteur de concentration 10, le gain est optimum avec un risque minimum. Pour un volume de  $168 \text{ m}^3$  et un facteur de concentration de 20, le DRI est de l'ordre de 3 ans. La variation du DRI de 2,7 à 2,9 représente 10 % de plus, ce qui est acceptable pour ce type de projet.

Pour un volume plus faible de  $138 \text{ m}^3$ , avec un facteur de concentration plus important de 30, la VAN est de moitié par rapport à l'optimum (46,04 k€), avec un DRI de 3,7 ans.

Plus on concentre le fluide usé sur une PAC, moins le projet devient rentable (la VAN diminue).

Dans l'objet de limiter le coût du projet, il est préférable de fonctionner au facteur de concentration de 10, ce qui permet une marge de manœuvre, sachant qu'il est possible d'augmenter le facteur de concentration.

### 5.3.8. Synthèse

Le travail a permis d'expérimenter le traitement sur un évaporateur industriel des effluents de l'Industrie Mécanique dont la teneur en eau est de l'ordre de 96 %. La technique utilisée est une Pompe À Chaleur (PAC) de capacité 750 litres/jour. Nous l'avons instrumentée en capteurs de température, de pression, de débit et de compteur de kilowatts en vue d'acquérir de la connaissance sur les divers régimes de fonctionnement par les mesures en ligne. Sous les paramètres de contrôle, pression de saturation 58 mbar, température d'ébullition de  $36^\circ\text{C}$  et densité de flux thermique de  $42 \text{ kW/m}^2$ , la performance à l'eau déminéralisée du procédé est un débit de  $31,5 \text{ kg/h}$  et une consommation spécifique de  $243 \text{ kWh/tee}$ . La valeur de référence en ébullition flash de l'eau calculée est  $8455 \text{ W/m}^2\text{C}$ . L'opération de concentration sur les fluides neufs et usés va être présentée selon quatre critères. Le critère de la qualité de la phase aqueuse nous indique la présence d'une légère fraction d'huile décantée en surface. Les résultats mesurent une fraction d'huile décantée de  $0,3 \text{ kg/m}^3$  de distillat et une teneur  $30 \text{ mg/l}$  d'hydrocarbures totaux (huile émulsionnée dans la phase aqueuse). La distillation de mélange non miscible eau/huile explique ce résultat. L'examen approfondi de l'huile montre à nouveau, par les méthodes de viscosité cinématique et de chromatographie en phase gazeuse, une fraction légère de l'huile de base. La DCO mesurée est  $600 \text{ mg/l}$ . Cette valeur peut varier selon l'influence de la concentration d'alimentation en fluide de coupe. Les valeurs de pH sont dans la gamme de 6,5 à 7,6. La température du distillat est de  $30^\circ\text{C}$  en sortie de procédé. Par contre, la présence de bactéries aérobies mesurée est de l'ordre de  $10^4$  colonies/ml par rapport au fluide usé qui en contient  $10^6$ . Les critères réglementaires de la quantité d'huile, la teneur en hydrocarbures totaux et le nombre de colonies de bactéries aérobies rendent la phase aqueuse non conforme au rejet en station d'épuration. La non conformité peut être levée par l'addition d'une technique membranaire qui produira la phase aqueuse exempte d'huile et de bactéries aérobies. Dans le cas où la phase aqueuse est exclue au rejet, les



premiers tests de laboratoires en corrosion et stabilité nous indiquent la possibilité éventuelle d'un recyclage du distillat. Il faudra veiller à s'affranchir de la pollution bactérienne puisque la température du procédé ne permet pas l'effet de stérilisation. Le critère d'efficacité de séparation eau/huile donne un rendement supérieur à 96 %. L'entraînement mécanique de gouttes est négligeable. La séparation est quasiment totale.

Les résultats sur les fluides de coupe de type micro-émulsion, nous permettent d'atteindre un facteur de concentration de 10, un débit de 22 kg/h et une consommation spécifique de 330 kWh/tee. Pour le fluide de type solution, le traitement offre un débit très élevé de 30,6 kg/h et une consommation spécifique faible de 246 kWh/tee, au facteur de concentration de 10.

Le calcul du coefficient global d'échange **k** nous a permis d'évaluer le mécanisme d'évaporation « flash » avec l'estimation de la température de surchauffe du liquide à 45°C (température maximale de l'effluent). Nous n'avons pas observé pour le fluide biphasique la formation d'une phase gel durant l'opération de concentration par évaporation. Des essais industriels ont démontré que l'encrassement du faisceau tubulaire était minime et par conséquent le coût de maintenance sera faible.

L'accumulation des composés organiques augmente la résistance au transfert de chaleur et la valeur de **k** diminue rapidement de 8455 (pour l'eau) à 1790 W/m<sup>2</sup>°C. Les valeurs de **k** et du facteur de concentration FC montrent d'une part qu'il est très facile de concentrer un fluide monophasique de type solution (**k**=7100 W/m<sup>2</sup>°C et FC=10) et d'autre part qu'il est également possible d'atteindre d'excellents résultats pour les fluides biphasiques de type micro-émulsion (**k**=1790 W/m<sup>2</sup>°C et FC=10 ; **k**=1670 W/m<sup>2</sup>°C et FC=20 ; **k**=1400 W/m<sup>2</sup>°C et FC=20 ou FC=30). Les formulations intrinsèques des fluides de coupe participent au comportement de l'échange de chaleur (**k**) et au facteur de concentration (FC). Il est possible d'accéder à des teneurs en eau de 40 à 20 % dans le résidu grâce aux facteurs de concentration précédents. En conséquence la résistance au transfert de chaleur augmente, le débit s'amenuise vers 15 kg/h (valeur de moitié par rapport à la référence à l'eau) et la consommation spécifique progresse parfois jusqu'à 600 kWh/tee. Ce régime permanent entraîne un débit de production de 360 litres/jour (qui limite le volume de traitement d'effluent à 120 m<sup>3</sup>/an) et un coût énergétique élevé. Nous discuterons comment diminuer cette consommation d'énergie.

La mise en place au sein de l'atelier du procédé PAC, pour le cas général d'un traitement de  $196 \text{ m}^3/\text{an}$  au coût d'élimination de  $152,45 \text{ €/m}^3$ , nécessite un coût d'investissement de  $48,02 \text{ k€}$  et un coût de fonctionnement de  $7,47 \text{ k€}$ . Les valeurs des critères financiers, pour un facteur de concentration de 10, donnent une VAN de  $45,42 \text{ k€}$  et un DRI de 2,7 ans. L'estimation économique nous informe que le projet est rentable et le risque de courte durée. L'étude de l'influence du facteur de concentration sur la rentabilité montre que la VAN du projet diminue (de moitié pour les  $\text{FC}=20$  ou  $\text{FC}=30$ ). En termes de rentabilité économique, il est préférable de fonctionner au facteur de concentration de 10, ce qui offre une marge de manœuvre sachant qu'il est possible d'augmenter ce dernier pour les fluides de type micro-émulsions. L'étude de la performance économique permet à l'industriel de prendre une décision sur l'investissement en termes de rentabilité pour la technique PAC.

Selon l'étude du modèle global, l'implantation d'un traitement par évaporation sous vide offre trois perspectives au secteur industriel : le rejet vers l'exutoire ou la réutilisation de la phase aqueuse en fonction des formulations des fluides de coupe et de la nature de la pollution, la réduction du volume d'effluent de 90 % et l'économie de 30 % sur le coût de traitement.

## 5.4. TPC

### 5.4.1. Performance à l'eau

#### 5.4.1.1. Essais en eau pure ou assimilée

Les résultats complets des essais figurent dans les tableaux en Annexe 3. On assimile à l'eau pure les essais avec l'anti-mousse. Ces points sont des points de référence pour comparaison avec le fluide de coupe.

Nous donnons le résultat de la performance à l'eau pour le débit massique de distillat et le critère de consommation spécifique. L'ébullition nucléée de l'eau sur le TPC est créée par la puissance électrique appliquée de 20 kW, ce qui permet d'obtenir le débit massique de distillat grâce à l'Équation 15. Le débit massique de distillat est d'environ 33 kg/h. Pour une puissance électrique de 30 kW appliquée sur le tube, il passe à 50 kg/h. Pour le fonctionnement particulier du TPC, étant donné que la puissance appliquée est constante au cours du temps, le critère de consommation spécifique est de 600 kWh/tee d'après le calcul de l'Équation 25. Nous n'effectuerons pas le suivi de ce critère au cours des essais expérimentaux puisqu'il est invariant.

Les informations caractéristiques sont les suivantes :

A 20 kW, le débit de jus est de 400 l/h, la pression de 0,5 bar, les températures de paroi externe évoluent entre 130 et 140°C. On produit entre 30 et 40 kg/h de distillat, somme de la production par apport de puissance au TPC et de la production par flash entre l'entrée et la sortie du TPC (dans des proportions 75 %/25 % en masse selon le point A, cf. Annexe : Résultats d'essais TPC). Les 20 kW du TPC produisent 30 kg/h, le reste est apporté par la puissance électrique du préchauffeur Platélec. Dans les cas où le jus entre dans le TPC à la température de saturation, il entre sous-refroidi d'environ 10°C et ne "flash" pas. Ce seront les conditions de fonctionnement en fin de concentration du fluide neuf (facteur de concentration de 10) et du fluide usé.

A 30 kW, le débit de jus est de 400 l/h, la pression de 1 bar, le débit de production passe à 50 kg/h et les températures de paroi sont en moyenne de 135°C. Le fait d'augmenter la puissance électrique tend à augmenter les températures de paroi mais l'augmentation est compensée par un accroissement du coefficient d'échange dans le TPC, ce point a tendance à abaisser à nouveau les températures de paroi.

A 20 kW, 300 l/h, 1,2 bar (30 kg/h produits), les températures de paroi valent en moyenne 121°C pour un tube mince en acier inoxydable d'épaisseur 0,25 mm.

A 30 kW, 300 l/h, 1,2 bar (50 kg/h produits), les températures de paroi valent en moyenne 125°C pour le même tube que ci-dessus.

#### 5.4.1.2. Température de paroi interne du tube - Coefficients d'échange thermique global **k**

La connaissance des températures de paroi externe, de la puissance thermique dissipée et de la température du fluide, nous permet de calculer la température de paroi interne ( $T_{pi}$ ) et le coefficient d'échange thermique global **k**.

Le bilan thermique est présenté dans le chapitre méthodologie par la Figure 13, qui présente la puissance thermique appliquée  $\phi_v$  à la section du tube. Nous utilisons la solution mathématique du profil de température dans l'épaisseur du tube ( $T_r$ ), donnée par l'Équation 16 en vue de déterminer la température de paroi interne du tube ( $T_{pi}$ ). Le profil exact de température dans l'épaisseur du tube est donné sur la Figure 49.

La température de paroi externe mesurée est de l'ordre de 140°C, à  $r_e = 13,15$  mm. La courbe de profil de température est plate à la paroi externe car la densité de flux y est nulle (le tube est calorifugé donc le flux de chaleur vers l'extérieur est nul).

La densité de flux est proportionnelle au gradient de température, donc le gradient est nul  $dT/dr = 0$ , ce qui confirme la tangente horizontale dans le graphique  $T = f(r)$  (cf. Figure 49).

Pour une puissance thermique appliquée à l'extérieur du tube de 20 kW, la puissance volumique  $\phi_v$  est 50,1 MW/m<sup>3</sup>. Dans ces conditions, la chute de température dans la paroi du tube vaut 15°C et la température de paroi interne vaut 125°C ( $T_{pi}$ ) à  $r_i = 10,27$  mm.

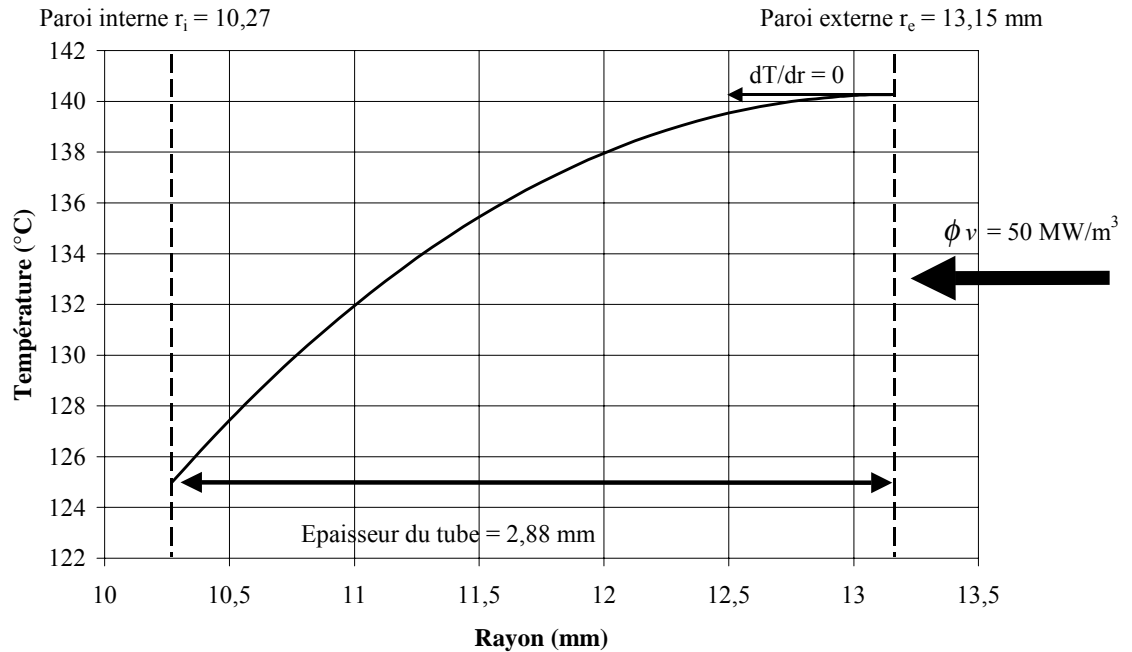


Figure 49 : Profil de température dans l'épaisseur du tube  $T=f(r)$ .

A l'aide du calcul de la température de la paroi interne  $T_{pi}$  pour 20 kW, nous allons pouvoir déduire de l'Équation 17 de transfert de chaleur, la valeur du coefficient d'échange thermique global  $k$ .

Pour la valeur de la référence en eau (tube supposé propre), l'écart de température ne valant que 35°C, le coefficient d'échange thermique global  $k$  vaut 4 800 W/m<sup>2</sup>.°C.

Pour 1,2 bar, 300 l/h et 20 kW, des essais antérieurs ont donné 12 000 W/m<sup>2</sup>.°C mais au moyen d'un tube radicalement différent (tube en acier inoxydable dont la chute de température dans la paroi du tube est de 3°C ; cf. points 1 à 9 de 1997 dans les tableaux joints en Annexe 3). Le TPC offre la possibilité de diminuer la pression de service et d'avoir une valeur de  $k$  élevée qui favorise l'échange thermique.

### 5.4.2. Essai sur les fluides de coupe

#### 5.4.2.1. Fluide neuf

Les essais ont commencé par un fonctionnement avec de l'eau pure additionnée d'antimousse, à raison de 500 cm<sup>3</sup> dans environ 150 litres d'eau permutée. La pression d'évaporation a été fixée à 0,2 bar dans un premier temps. Une fumée s'est dégagée du calorifuge du TPC. Pas d'action particulière autre que l'arrêt de l'installation.

Ensuite, nous avons introduit 100 litres de fluide de coupe à 5 % en 3 heures. A ce stade, le tube est passé à un régime de fonctionnement au-delà de la densité de flux critique. Le tube a été décalorifugé sur le tronçon n°2 et remis en service. Il fonctionne effectivement au rouge, au-delà de la densité de flux critique avec un très mauvais transfert de chaleur entre la paroi interne et le fluide à évaporer. Il est donc exclus de fonctionner à 0,2 bar et la pression de travail est ajustée à 0,5 bar. Dans ces conditions, nous restons avec un fonctionnement au-delà du flux critique si :

- la mise en régime de l'installation est trop rapide ;
- de l'antimousse est introduit brutalement (2<sup>ème</sup> injection de 500 cm<sup>3</sup>).

Un protocole de fonctionnement et de démarrage a été donc défini :

- pression d'évaporation : 0,5 bar (sortie TPC) ;
- débit de jus : 400 l/h ;
- puissance électrique : 20 kW ;
- mise en régime par sauts de 5 kW sur le Platélec (0 à 15 kW) et sur le TPC (0 à 20 kW).

Dans ces conditions, l'installation fonctionne d'une manière satisfaisante et stable. Le débit de distillat est égale à 35 kg/h (30 kg/h par le TPC et 5 kg/h par le flash). Un échantillon de distillat a été prélevé en début de cycle, après environ une heure de fonctionnement.

Les différentes charges ont été introduites comme décrit précédemment (cf. 3.5.5.1.).

La concentration a été poussée jusqu'à un facteur de concentration de 10, avec prélèvement d'échantillons de distillat et de résidu. Le distillat prélevé est plus riche en huile que le précédent prélèvement correspondant au début de concentration (aspect beaucoup plus laiteux). A ce stade, et sans analyse de l'entraînement par dosage du bore contenu dans le distillat, on ne peut pas trancher entre un entraînement accru et une quantité d'huile entraînée par distillation azéotropique plus importante et non séparée dans le bidon de distillat qui joue le rôle de décanteur. La pompe d'extraction brasse l'émulsion sortante. Le résidu présente une couleur brune.

Les températures de paroi extérieure du TPC sont de 120°C en début de cycle pour atteindre 150°C en fin de cycle.

#### 5.4.2.2. Fluide usé

Dans la suite des essais sur le fluide neuf, le fluide usé a été introduit dans l'installation dans le résidu du fluide précédent pour une question de logistique. L'évaporation a été poursuivie au même régime que précédemment, soit 20 kW, 0,5 puis 1 bar et 400 l/h.

Le distillat a été extrait en continu (30 kg/h) et le résidu en discontinu (3 litres toutes les trois heures). Les points 51 à 53 et 66 à 68 (cf. Annexe 3) correspondent à la mise en régime de l'installation au démarrage du matin.

La distillation a duré environ 22 heures. Des échantillons de distillat ont été prélevés à 6 heures, 15 heures, 17 et 22 heures. Un échantillon de résidu a été prélevé en fin d'opération, à 22 heures.

Les températures de paroi extérieure du TPC sont de 150°C en début d'opération (0,5 bar) pour atteindre 180°C en fin d'opération (1 bar). Les sécurités de surchauffe du TPC ont d'ailleurs déclenché deux fois (consignes à 200°C). En fin d'opération, les températures de paroi sont passées de 150 à 180°C en 2 heures. Il est possible que le tube se soit encrassé très rapidement. Cette hypothèse sera discutée plus loin.

Deux touries de 30 litres de résidu ont été extraites. La première est représentative de la moyenne du résidu sur la première demi-campagne (0 à 11 heures), la deuxième de la moyenne de la deuxième demi-campagne (11 à 22 heures). En fin d'opération, on a extrait de l'installation 96 kg de résidu.

### 5.4.3. Transfert de chaleur

#### 5.4.3.1. Variation de la pression

Nous allons présenter les valeurs du coefficient **k** pour les pressions de service 0,5 et 1 bar utilisé pour réaliser l'opération de concentration.

Pour les essais de concentration du fluide neuf et du fluide usé à 0,5 bar, l'écart de température entre le fluide et la paroi interne est de l'ordre de 45°C à 20 kW, la surface du tube est 0,123 m<sup>2</sup> ; le coefficient d'échange thermique global **k** vaut donc, en moyenne, 3 600 W/m<sup>2</sup>.°C.

En fin de campagne d'essais, la pression a été remontée à 1 bar. La température de paroi externe était à 150°C (écart de température : 30°C) ; le coefficient d'échange thermique valait alors 5 400 W/m<sup>2</sup>.°C. C'est à l'effet de pression et de température qu'il faut attribuer cette augmentation, d'après la méthode d'extrapolation de Gorenflo [Greth, 1997]. L'équation de Gorenflo tient compte de l'influence du coefficient d'échange thermique en fonction de la pression de saturation. L'application pour l'ébullition nucléée de l'eau montre que lorsque la pression augmente, la valeur du coefficient augmente.

La température de paroi externe est montée ensuite jusqu'à 170/180°C (écart de température avec le fluide de 58°C). Dans ces conditions, le coefficient d'échange thermique est donc de 2 800 W/m<sup>2</sup>.°C d'après l'Équation 17.

Dans un premier temps, nous avons supposé cette chute par de l'encrassement (tartre ou produits de dégradation). L'examen du tube après essais a invalidé cette hypothèse. On ne peut l'expliquer que par une forte variation des propriétés physiques du mélange évaporé, puisque l'installation a été arrêtée par la consigne de sécurité calée sur 200°C.

#### 5.4.3.2. Expertise du tube après essais

Après la campagne d'essais, l'installation a été rincée à l'eau chaude et la partie supérieure du tube a été démontée. Un examen à l'endoscope de la surface du tube ne montre aucune trace d'encrassement pour tout le tronçon supérieur du TPC (1/3 supérieur jusqu'à la deuxième amenée de courant, début de la zone ayant surchauffé en flux critique). Sur la durée des essais, il n'y a pas eu encrassement significatif du TPC ni par le tartre, ni par dépôt de produits organiques de décomposition.



#### 5.4.4. Qualité de la phase aqueuse

##### 5.4.4.1. Caractéristiques

L'aspect blanchâtre du distillat est probablement dû à la mise en émulsion de l'huile évaporée par la pompe sur le circuit de retour du condensat de la vapeur produite, sur le niveau 0, repère 3 (cf. Figure 26).

La centrifugation d'échantillon de distillat n'amène pas de séparation de phase (eau-huile). La méthode de la coupure acide [IP 137, 1981] est adaptée pour la circonstance sur le distillat (contenant de l'huile émulsionnée). Après coupure à l'acide sulfurique sur les distillats : nous mesurons 1 ml d'huile par rapport à 200 ml d'échantillon, 0,5 % en volume d'huile sous une pression de saturation de 0,5 bar et 1 % pour 1 bar.

Les analyses caractéristiques de pH, DCO et teneur en bore sont présentées dans le Tableau 25. Il montre le démarrage avec le fluide neuf sous la pression de 0,5 bar, la concentration jusqu'au facteur de 10 (stabilisation sur un régime permanent), puis poursuit par l'injection du fluide usé.

**Tableau 25 : Caractéristique des distillats suivant la pression et de l'état du fluide.**

<b>P=0,5 bar, alimentation en fluide neuf</b>	<b>pH</b>	<b>DCO (mg/l)</b>	<b>Volume distillé (l)</b>
	6,65	1200	50
	8,2	3000	300
	9,5	4000	600
<b>P=1 bar, alimentation en fluide usé</b>			
	9	7000	1100
	9,4	7400	1400

Le pH des distillats issu de la micro-émulsion Condat Polybio a été mesuré, les valeurs évoluent vers une tendance basique en fonction du volume distillé ; nous trouvons successivement :

- sous la pression de 0,5 bar, le premier distillat à 6,65 (50 l), puis 8,2 (300 l), et le dernier est à 9,5 (600 l, au facteur de concentration 10) pour le fluide neuf ;
- sous la pression de 1 bar, l'essai débute avec un pH de 9 (1100 l) et finit à 9,4 (1400 l, au facteur de concentration de 15) pour le fluide usé.

Cette augmentation du pH peut s'expliquer par l'évaporation de bases faibles du type dérivés aminés.

La Figure 50 présente l'évolution de la DCO en fonction du volume de distillat.

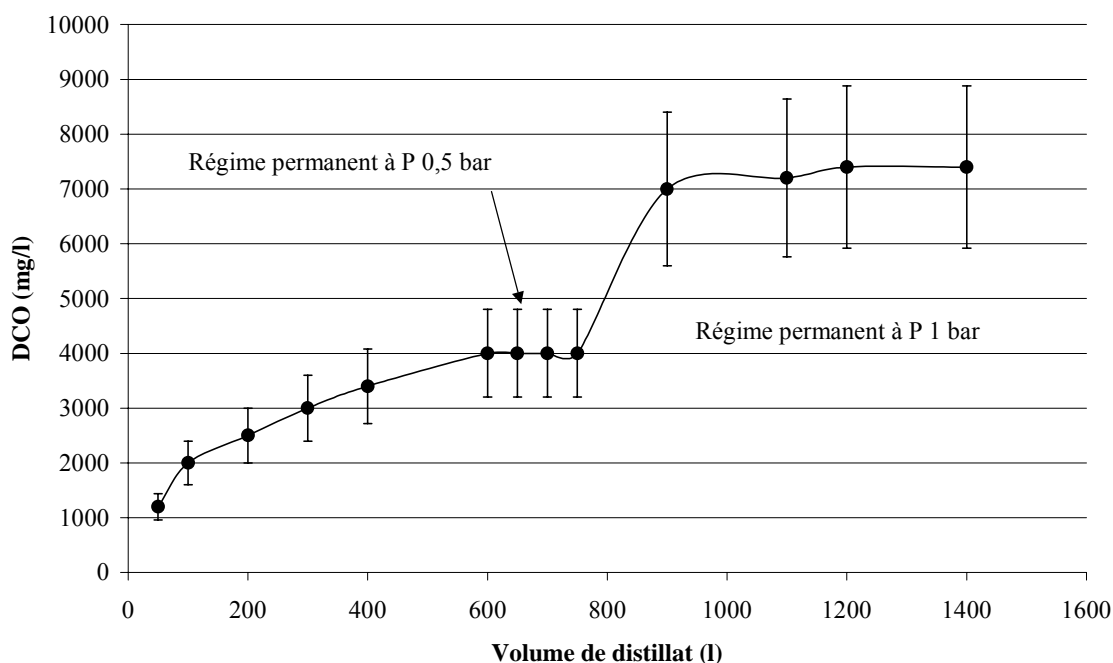


Figure 50 : DCO en fonction des régimes permanents à 0,5 et 1 bar.

La DCO augmente lors de la montée en régimes permanents (elle passe de 1200 mg/l pour le premier distillat à plus de 4000 pour les suivants) puis se stabilise, les paliers selon la pression de service sont : 4000 mg/l sous 0,5 bar (fluide neuf à 10 %) et 7000 mg/l sous 1 bar (fluide usé estimé à 5 %). Les valeurs de DCO sont obtenues sur des échantillons ultrafiltrés.

#### 5.4.4.2. Test de recyclage

Le distillat obtenu par TPC est exempt de pollution bactérienne puisque la température de service est voisine de 100°C, il y a donc stérilisation du fluide traité. Cependant, il faut attendre le refroidissement du distillat vers la température ambiante avant d'ajouter le concentré de fluide de coupe ou compléter avec de l'eau du réseau.

Les tests de corrosion et stabilité réalisés en laboratoire sur le fluide mettent en évidence le caractère que la phase aqueuse peut être recyclée malgré une forte présence d'huile émulsionnée (1 % due au dispositif expérimental de le circuit de retour du condensat).

#### 5.4.5. Efficacité de séparation

Le critère d'efficacité de séparation comprend la somme de l'entraînement d'huile par la vapeur (distillation de liquide non-miscible) et l'entraînement mécanique de gouttes.

##### 5.4.5.1. Distillation d'un mélange non-miscible

Le calcul théorique d'après Wuithier [Wuithier, 1958] a déjà été développé. Nous présentons les résultats théoriques de la quantité d'huile en fonction de la pression de saturation dans le domaine de 50 à 1000 mbar en Figure 51.

Le TPC a fonctionné sous deux pressions, 500 et 1000 mbar et les résultats expérimentaux obtenus sont dans le même ordre de grandeur que la droite théorique (4,5 et 9 kg d'huile sous les pressions de service respectives).

Pour obtenir une quantité d'huile évaporée plus faible, il aurait été nécessaire de diminuer la pression de saturation, mais la configuration de l'installation TPC ne nous a pas permis de fonctionner sous de faible pression. Nous détaillerons ultérieurement la raison de cette impossibilité due à la densité de flux critique atteinte au diamètre considéré pour de faible pression.

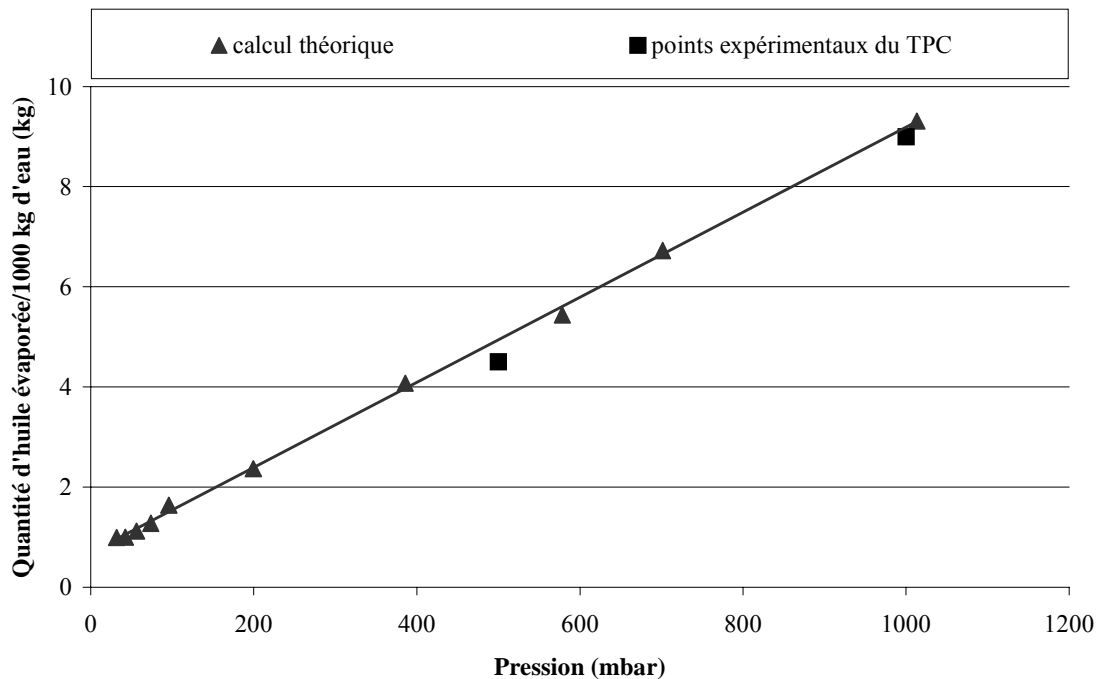


Figure 51 : Entraînement d'huile par la vapeur.

#### 5.4.5.2. Entraînement mécanique de gouttes

Dans ce paragraphe, nous déterminons par le calcul la vitesse de la vapeur qui est particulière à l'entrée du cyclone et nous suivons le traçage au bore des distillats par l'analyse réalisée au moyen d'un spectromètre d'émission ICP.

Le débit massique de l'évaporateur TPC est environ de 30 kg/h. Le débit volumique en fonction de la pression de saturation se calcule selon l'Équation 6 : Loi des Gaz Parfaits. Par conséquent le débit volumique est de 200 m<sup>3</sup>/h pour 0,25 bar, de 100 m<sup>3</sup>/h pour 0,5 bar et de 50 m<sup>3</sup>/h pour 1 bar. La vitesse de la vapeur est déduite de l'Équation 5, nous obtenons pour les différentes pressions : 18 m/s pour 0,25 bar, 10 m/s pour 0,5 bar et 5 m/s pour 1 bar. Lorsque la pression de saturation diminue, la vitesse de la vapeur augmente sur la section de passage pour un débit massique constant. Les vitesses, lors des essais de concentration du fluide de coupe sont donc dans la plage préconisée [Gardner, 1977]. Nous complétons les données sur le primage par le traçage au bore des distillats.

Sachant que la concentration en bore dans l'alimentation en fluide Condat Polybio est de 500 mg/l, pour un facteur de concentration de 10, la concentration de la boucle atteint 5000 mg/l. D'après les mesures sur les distillats de l'élément bore (cf. Tableau 26), grâce à un spectromètre d'émission ICP suivant la norme NF ISO 11 885 [ISO 11 885, 1996], l'entraînement mécanique semble être inférieur ou égal à 1 % sur la boucle jus concentré du TPC, pour une vitesse de la vapeur de 10 m/s (0,5 bar) côté entrée du cyclone. Le pourcentage obtenu correspond pour une valeur maximale de la teneur en bore de 50 mg/l dans le distillat. La quantité d'huile estimée (200 mg/l) reste négligeable sachant que la mesure de la quantité d'huile globale sur la phase aqueuse est de 5 kg/m<sup>3</sup> (donc 5000 mg/l), d'après la distillation de liquide non miscible eau-huile sous 0,5 bar.

Tableau 26 : Mesure du bore sur les distillats.

<b>P=0,5 bar, alimentation en fluide neuf</b>	<b>Bore (mg/l)</b>	<b>Volume distillé (l)</b>
	1	50
	36	300
	12	600
<b>P=1 bar, alimentation en fluide usé</b>		
	55	1100
	12	1400

En résumé

---

L'impact de l'entraînement mécanique sur l'efficacité de séparation pour une vitesse de la vapeur de 10 m/s à l'entrée du cyclone est négligeable sous les conditions de pression de saturation 500 mbar et de débit volumique de 100 m<sup>3</sup>/h pour le procédé TPC.

---

#### 5.4.5.3. Rendement

L'efficacité de séparation du mélange eau/huile sous les diverses pressions de service montre l'influence de deux mécanismes, d'une part, la distillation de mélange non miscible et d'autre part, le primage. Le traçage du bore sur la phase aqueuse estime la quantité d'huile potentielle entraînée mécaniquement par la vapeur qui est de l'ordre de 1 %. Toutefois, l'entraînement vésiculaire reste négligeable puisque l'efficacité de séparation atteinte par la distillation de liquide non-miscible est seulement à 50 % (18 kg d'huile par tonne pour l'alimentation en fluide de coupe) à la pression de service 1 bar. Il ne permet pas dans certains cas de formulation de fluide de coupe de séparer suffisamment les composés comme l'eau et l'huile. Pour la pression de saturation de 0,5 bar, le rendement s'améliore jusqu'à 74 % d'efficacité de séparation sur la micro-émulsion. La séparation est partielle sous ses pressions de service.

Pour des raisons de sécurité sur le tube à passage de courant, il n'a pas été possible d'expérimenter des pressions de saturation plus faibles, en vue d'augmenter l'efficacité de séparation eau/huile.

#### 5.4.6. Le résidu

Dans ce paragraphe, nous présentons la teneur en eau et le facteur de concentration obtenu sur le résidu (effluent concentré). La teneur en eau du produit concentré de base Condat Polybio, est de 40 %. Pour un facteur de concentration estimé à 10 d'après le calcul théorique, on devrait trouver une teneur en eau dans le résidu de 70 % ; la valeur mesurée du volume d'eau contenue dans le résidu par la méthode de distillation azéotropique [AFNOR NF T60-113, 1986] eau-xylène donne 60 % (le facteur de concentration est sûrement légèrement supérieur), le résultat est donc parfaitement cohérent avec ce qu'on pouvait attendre.

Pour le facteur de concentration de 15, on devrait trouver 55 % d'eau. La valeur est logique (40 %), puisque dans l'ordre de grandeur, compte tenu de la concentration initiale du fluide usé, on ne connaît pas exactement la teneur en eau (mesure imprécise sur des teneurs supérieures à 90 %).

#### 5.4.7. VAN/DRI

Le tube à passage de courant est un pilote de recherche, ce type d'appareil n'est pas encore commercialisé en série. Nous avons estimé le prix de vente en appliquant deux coefficients (1,5 et 2) au coût de base du matériel.

Le matériel de base est constitué : d'un tube en Inconel de 2 m de long de 1,52 k€, d'une centrale électrique de 3,05 k€, d'une partie chaudronnerie (échangeur, séparateur cyclonique,...) de 3,05 k€, d'une partie circulation des fluides et d'un système de mise sous vide de 3,05 k€. Le coût de base global du matériel est de 10,67 k€.

L'intérêt économique est de connaître la rentabilité d'une installation à faible coût d'investissement (inférieur à 24,39 k€) et important coût de fonctionnement (consommation spécifique très élevée : 660 kWh/tonne traitée).

Le coût de base du matériel est de 10,67 k€, nous allons appliquer à ce coût un coefficient de 1,5 et de 2, ce qui porte le prix de vente à 21,34 k€ (coefficient 2). L'investissement englobe le prix de vente, les coûts de matériel de pré- et post-traitement et de génie civil de 1,52 k€ chacun. Le coût global est de 19,82 k€ (coefficient de 1,5) et de 24,39 k€ (coefficient de 2).

Nous allons donner la rentabilité (VAN) et le risque (DRI) de l'installation pour un volume de 200 m<sup>3</sup>/an.

Le coût maximum d'investissement du TPC est de 24,39 k€ et le coût de fonctionnement est de 14,17 k€/an, nous obtenons par le calcul économique une VAN de 39,63 k€ et un DRI de 2 ans. Pour le coefficient de 1,5, la VAN est égale à 42,68 k€ et le DRI est de 1,7 an.

Le gain sur un horizon de 7 ans est supérieur à 39,63 k€ et le risque est de courte durée, inférieure ou égale à 2 ans.

L'impact économique est donc intéressant pour un volume de déchet de 200 m<sup>3</sup>.

#### 5.4.8. Synthèse

Le travail a permis de tester un pilote de recherche de capacité de 33 kg/h pour valider la concentration par évaporation d'un fluide de coupe de type micro-émulsion dont la teneur en eau est supérieure à 96 %. La nouvelle technique utilisée est un Tube à Passage de Courant (TPC) dont il est possible de faire varier les paramètres de densité de flux et de pression de service. La densité de flux appliquée varie de 160 à 240 kW/m<sup>2</sup> en fonction de la puissance électrique qui est 20 à 30 kW sur le tube. La gamme de pression de saturation choisie sur l'installation s'échelonne de 0,2 à 1 bar. Ce type d'appareillage fait l'objet d'un investissement à faible coût, de moitié par rapport aux techniques CMV et PAC.

Pour des raisons de densité de flux critique, il n'a pas été possible de diminuer la pression au dessous de 0,5 bar. En effet, le tronçon du TPC passe au rouge et l'ébullition nucléée ne se réalise plus. Le phénomène d'assèchement de paroi est en fonction des différents facteurs (pression, tension superficielle, vitesse massique, diamètre du tube). La résolution peut être abordée dans le chapitre suivant.

Sous les paramètres de contrôle : pression de saturation 0,5 bar, température d'ébullition 85°C et densité de flux de 160 kW/m<sup>2</sup>, la performance à l'eau du procédé est un débit de 33 kg/h et une consommation spécifique de 600 kWh/tee. La consommation spécifique du système est élevée, donc coûteuse en énergie dans le coût d'exploitation. Nous avons déterminé la température de paroi interne du tube par le calcul du profil de température en fonction du flux volumique  $\phi_v$  de 50 MW/m<sup>3</sup> et de la température de paroi externe de 140°C. La valeur calculée pour la température de paroi interne est 125°C. La chute de la température sur une épaisseur de 2,88 mm de tube vaut 15°C. La valeur de référence pour **k** vaut 4 800 W/m<sup>2</sup>°C.

L'opération de concentration du fluide de coupe est étudiée en fonction de quatre critères. Le critère de la qualité de la phase aqueuse montre la présence d'une fraction huile. La distillation de mélange non miscible eau/huile explique les résultats de 4,5 et 9 kg d'huile/m<sup>3</sup> de distillat en fonction de la pression de saturation de 0,5 et 1 bar. De plus, le distillat contient de l'huile émulsionnée de l'ordre de 0,5 à 1 %. Les DCO enregistrées évoluent de 4000 à 7000 mg/l. La valeur du pH est dans la gamme de 9 à 9,5. Malgré la prolifération bactérienne présente sur le fluide usé de 10<sup>6</sup> colonies/ml de bactéries aérobies, le distillat est exempt de bactéries dû à l'effet de stérilisation de la température vapeur de 95 à 100 °C. La température du distillat après refroidissement est de 30 °C. Les critères réglementaires de l'Arrêté du 2 février 1998 comme les valeurs d'hydrocarbures totaux, quantité d'huile, de DCO, de pH montrent que le rejet vers une station d'épuration peut être exclu. L'exclusion n'est pas totale, puisqu'il est possible par l'addition d'une technique membranaire de sortir la fraction d'huile. Dans le cas où la phase aqueuse ne serait pas acceptée au rejet. Les tests de stabilité et corrosion sur le fluide de coupe montrent une potentialité du recyclage de la phase aqueuse.

Le critère de l'efficacité de séparation eau/huile donne un rendement de 74 % sous 0,5 bar. L'examen approfondi du primage nous informe d'une valeur de 1 % due à la vitesse de la vapeur à l'entrée du cyclone. Le rendement s'améliore quand la pression diminue. L'incident de l'assèchement de paroi ne permet pas de diminuer la pression de saturation en vue d'augmenter l'efficacité de séparation.

Les résultats sur le fluide de coupe neuf et usé ont montré qu'il est possible d'atteindre un facteur de concentration de 10 et même de 15, ce qui diminue la teneur en eau du résidu de 60 à 40 %. L'écart de température entre le fluide de coupe et la paroi interne est de l'ordre de 45°C à 20 kW et la valeur du coefficient d'échange thermique global **k** vaut 3600 W/m<sup>2</sup>°C en moyenne que le fluide soit neuf ou usé à 0,5 bar et FC=10. Le transfert de chaleur de cette technique s'effectue à flux constant, donc la production de distillat est constante (33 kg/h). Dans le procédé TPC, la température de paroi interne augmente de 120 à 150 °C en fonction du facteur de concentration FC. Il est possible par les effets de pression et de température d'augmenter la valeur de **k** à 5400 W/m<sup>2</sup>°C



pour 1 bar. Par contre, la température de paroi externe de 180°C n'a pas permis de poursuivre l'opération de concentration. Nous tenterons de trouver une température de paroi acceptable en vue de réaliser l'opération de concentration pour des teneurs en eau encore plus faibles.

Contrairement à ce qui était attendu avec la cinétique d'entartrage, l'examen du tube après essais a montré que celui-ci était parfaitement propre (pas de trace de tartre ni de dépôt de produits de décomposition). Un encrassement faible est constaté.

Le travail a permis de montrer les limites du TPC lors de la concentration d'un fluide ; ses propriétés physiques et son comportement ont une très forte influence, à la fois sur la fiabilité du fonctionnement de l'installation et sur la qualité de la phase aqueuse produite.

La mise en place au sein de l'atelier du procédé TPC, pour le cas général d'un traitement de 200 m<sup>3</sup>/an au coût d'élimination de 152,45 €/m<sup>3</sup>, nécessite un coût d'investissement maximum estimé à 24,39 k€ et un coût d'exploitation de 14,17 k€. Les valeurs des critères financiers donnent une VAN de 39,63 k€ et un DRI de 2 ans. L'estimation économique nous informe que ce type de projet est rentable et le risque est de courte durée. L'étude de la performance économique démontre le rôle futur que peut jouer le procédé innovant TPC dans le traitement des effluents.

## 5.5. Estimation économique

L'estimation économique est décrite en particulier pour le procédé CMV. Nous étudions l'influence des paramètres et l'étude du risque. Nous terminerons par la présentation de quelques cas de l'Industrie Mécanique Française.

### 5.5.1. Influence des paramètres

Les paramètres qui vont influencer le résultat du projet sont principalement : le coût d'élimination et le volume de déchet. Nous suivrons l'impact de la participation de l'Agence de l'Eau pour ce type de projet. Pour ce qui concerne le procédé, nous examinerons en détail la valeur du facteur de concentration à partir de laquelle le système est rentable.

#### 5.5.5.1. Coût d'élimination

Nous allons déterminer, avec les critères financiers, l'influence du coût d'élimination au volume d'effluent fixé à 200 m<sup>3</sup>.

Les résultats de la VAN, du DRI et du TIR sont présentés dans le Tableau 27 .

**Tableau 27 : Évolution de coût d'élimination.**

<b>Coût d'élimination (€)</b>	<b>VAN (k€)</b>	<b>DRI (ans)</b>	<b>TIR (%)</b>
73,22	-2,58	>7	3
106,71	15,79	4,2	16
152,45	43,34	2,7	31
198,18	70	2,1	44
228,67	89,24	1,8	53

Nous avons choisi de faire varier le coût d'élimination autour de la valeur moyenne prise à 152,45 €, dans la gamme de 73,22 à 228,67 € et d'observer l'aspect de rentabilité du traitement individuel.

Au coût d'élimination de 500 F par mètre cube, la valeur de la VAN est négative (-2,58 k€), le DRI est supérieur à l'horizon du projet fixé à 7 ans et le TIR est très faible (3 %). Les critères financiers montrent que le projet n'est pas rentable économiquement et que le risque est important par rapport à l'horizon de projet choisi.

Lorsque le coût d'élimination augmente de 106,71 à 228,67 €, la VAN augmente de 15,79 à 89,24 k€, le DRI diminue de 4,2 à 1,8 ans et le TIR augmente de 16 à 53 %.

Plus le coût d'élimination est élevé, plus le projet est rentable (VAN positive) et moins le risque est grand (DRI faible).

Au coût moyen d'élimination fixé à 152,45 €, le projet est rentable puisque pour un investissement de 44,97 k€ et un fonctionnement de 9,24 k€, le gain de la VAN est de 43,34 k€, le DRI de 2,7 ans et le TIR de 31 %. Ces résultats positifs devraient probablement inciter les industriels à investir dans ce type d'équipement.

Plus le coût augmente, plus l'intérêt de traiter en interne se justifie financièrement, l'exemple est probant avec un coût de 228,67 €, le gain potentiel représente 12,96 k€/an sur l'horizon du projet (soit une VAN de 89,33 k€ sur 7 ans) et un DRI inférieur à 2 ans. Le faisceau de courbes VAN est représenté dans la Figure 52.

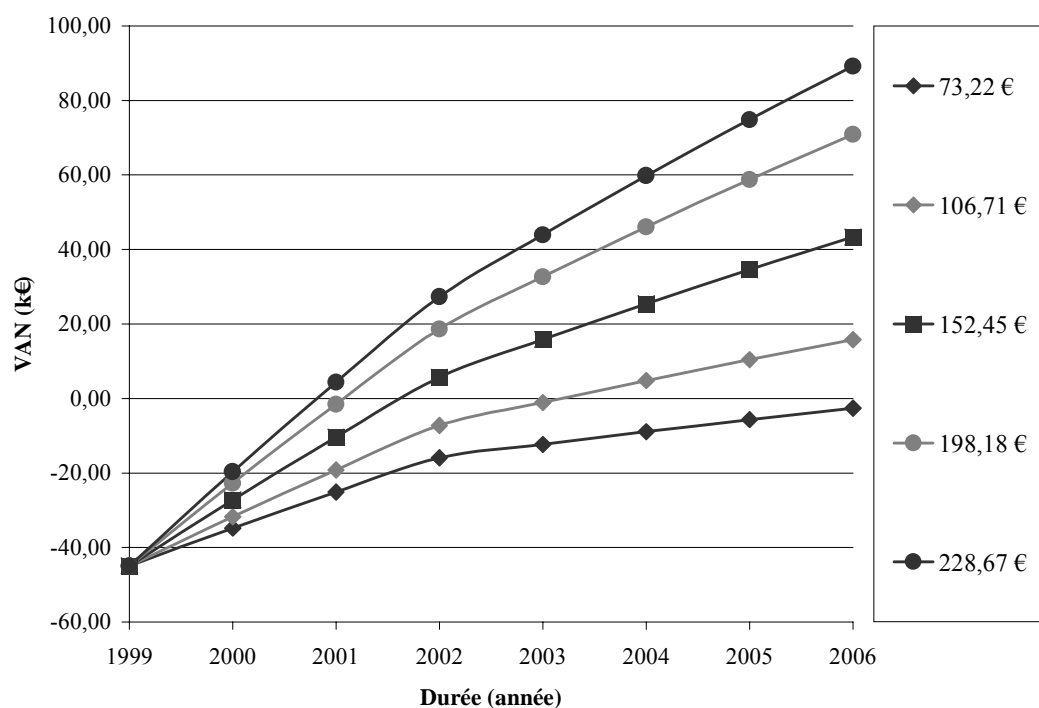


Figure 52 : La VAN fonction du coût d'élimination.

Le faisceau de courbes VAN montre l'évolution annuelle du gain potentiel du projet en fonction de chaque coût d'élimination. De l'investissement en 1999 à l'horizon de projet 2006 donne un gain de 90 k€ lorsque le coût augmente de 73,22 à 228,67 €.

Par exemple en 2003 pour 228,67 €, en 2004 pour 198,18 € et enfin 2006 pour 152,45 €, le gain du projet retrouve la somme investie de 45 k€, ce qui peut être un critère de sélection sur un objectif de rentabilité dans le temps.

#### 5.5.5.2. Volume

Nous allons étudier l'influence du volume sur la rentabilité du projet quand le coût d'élimination est de 152,45 €. Les valeurs des critères financiers sont résumées dans le Tableau 28 pour la variation de volume de 160 à 240 m<sup>3</sup>.

**Tableau 28 : Évolution du volume de déchet.**

<b>Volume de déchet (m<sup>3</sup>)</b>	<b>VAN (k€)</b>	<b>DRI (ans)</b>	<b>TIR (%)</b>
160	26,06	3,3	22
180	34,70	2,9	26
200	43,34	2,7	31
220	51,98	2,4	35
240	60,63	2,3	40

Pour l'ensemble du projet, le volume dans la gamme de variation suivante montre la rentabilité du système puisque la VAN est positive (supérieure à 22,86 k€) et le risque faible (DRI est compris entre 2 et 3 ans).

De 160 à 240 m<sup>3</sup>, les valeurs de VAN augmentent de 26,06 à 60,63 k€, le DRI diminue de 3,3 à 2,3 ans et le TIR augmente de 22 à 40 %. A partir de 200 m<sup>3</sup>, le gain du projet correspond à la somme investie et la VAN est égale à 43,34 k€. Le TIR montre des valeurs performantes de rendement (supérieure à 25 %).

Nous remarquons qu'une entreprise peut faire le choix d'investir sur ce type de traitement pour un volume minimum de 160 m<sup>3</sup>, et l'augmentation éventuelle du volume d'effluents (jusqu'à 80 m<sup>3</sup>) permet de gagner un an sur le DRI.

Lorsque le volume augmente, la rentabilité augmente en même temps que le risque diminue jusqu'au volume à partir duquel la capacité de l'appareil est limitée.

L'évolution de la VAN sur l'horizon de projet est présentée dans la Figure 53.

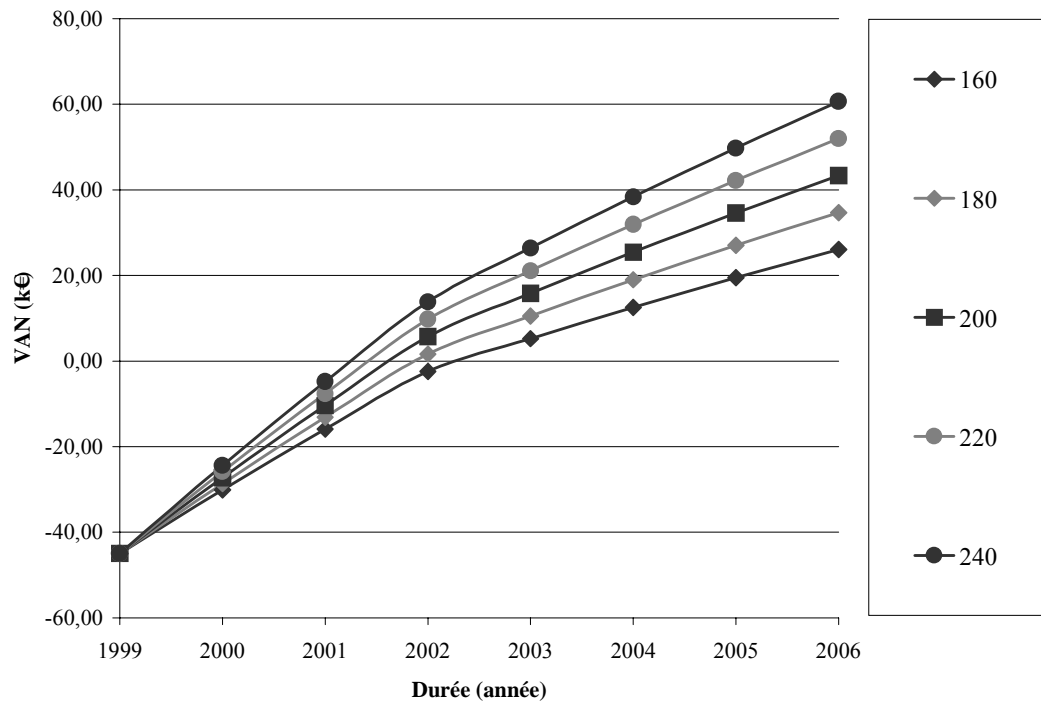


Figure 53 : La VAN en fonction du volume de déchet.

Le faisceau de courbes VAN montre que le gain est entre 26,06 k€ et 60,63 k€ pour la gamme de volume de 160 à 240 m³. C'est après 2004, que l'on retrouve le capital investi en 1999, pour les volumes de 200 à 240 m³.

#### 5.5.5.3. Aide financière

Dans le programme de lutte contre la pollution industrielle, l'Agence de l'Eau [Agence de l'Eau, 1997] offre une participation financière du procédé à l'investissement sur des installations de traitement d'eaux, à la condition que la phase aqueuse produite lors du traitement soit réutilisée.

Nous allons quantifier par les critères financiers l'importance de l'aide dans le Tableau 29.

Tableau 29 : Aides financières de l'Agence de l'Eau.

<b>Hauteur de financement du procédé (%)</b>	<b>Investissement (k€)</b>	<b>Montant de l'aide financière (k€)</b>	<b>VAN (k€)</b>	<b>DRI (ans)</b>	<b>TIR (%)</b>
0	-44,97	0	43,34	2,7	31
0	-55,64	0	36,76	3,1	24
10	-50,69	4,95	41,71	2,8	28
20	-45,73	9,90	46,67	2,5	33
30	-40,78	14,86	51,62	2,2	39

Nous présentons les résultats des critères sans aides financières dans le cas de l'évaporateur, puis le couplage avec une technique d'ultrafiltration (dans le but amélioration de la qualité du distillat). Comme l'investissement est plus important avec l'ultrafiltration (55,64 k€ au lieu de 44,97 k€), nous allons appliquer des aides financières de 10 à 30 % et suivre l'évolution des critères.

Notons que l'addition d'une technique complémentaire de traitement, au coût de 10,67 k€, fait diminuer la VAN de 43,34 à 36,76 k€ (soit 15 %) et augmenter le DRI de 2,7 à 3,1 ans (soit 15 %). Le TRI passe alors de 31 à 24 %.

Dans le but d'améliorer la qualité de la phase aqueuse, l'augmentation de l'investissement du procédé se traduit sur les critères financiers par une faible variation. Nous conservons la pertinence du projet avec le même ordre de grandeur du gain (36 k€) et la durée du risque (3 ans).

Pour une hauteur de financement de 10 % sur l'investissement du procédé (évaporateur et ultrafiltration, soit un montant de 4,95 k€), nous obtenons une VAN de 41,71 k€, un DRI de 2,7 ans et un TIR de 28 %. Ces valeurs de critère sont, pour cet exemple, proches du cas de l'évaporateur sans aides financières.

L'augmentation de la hauteur de financement de 10 à 30 %, offre un montant de 4,95 à 14,86 k€ sur le procédé, les résultats donnent alors une augmentation de la VAN de 41,71 à 51,62 k€, une diminution du DRI de 2,7 à 2,2 ans, et une augmentation du TIR de 28 à 39 %.

Une aide financière de 30 % pour un investissement de 55,64 k€ permet une augmentation de 15,24 k€ sur la VAN (36,76 à 51,62 k€), et une diminution sensible sur le DRI de 1 an (3,1 à 2,2 ans).

L'aide financière de l'Agence de l'Eau permet donc d'amener le contexte économique du projet sur un délai de retour sur investissement de 2 ans.

#### 5.5.5.4. Facteur de concentration

L'objectif du traitement est de réduire le volume de déchet, la valeur du facteur de concentration donne l'efficacité du procédé d'évaporation. Cependant le facteur de concentration doit être en accord avec la faisabilité de traitement. Il faut trouver le facteur de concentration à partir duquel la meilleure rentabilité économique est atteinte.

Pour un volume de 200 m<sup>3</sup>/an, nous allons étudier l'influence du facteur de concentration sur les critères financiers VAN et DRI (cf. Figure 54.).

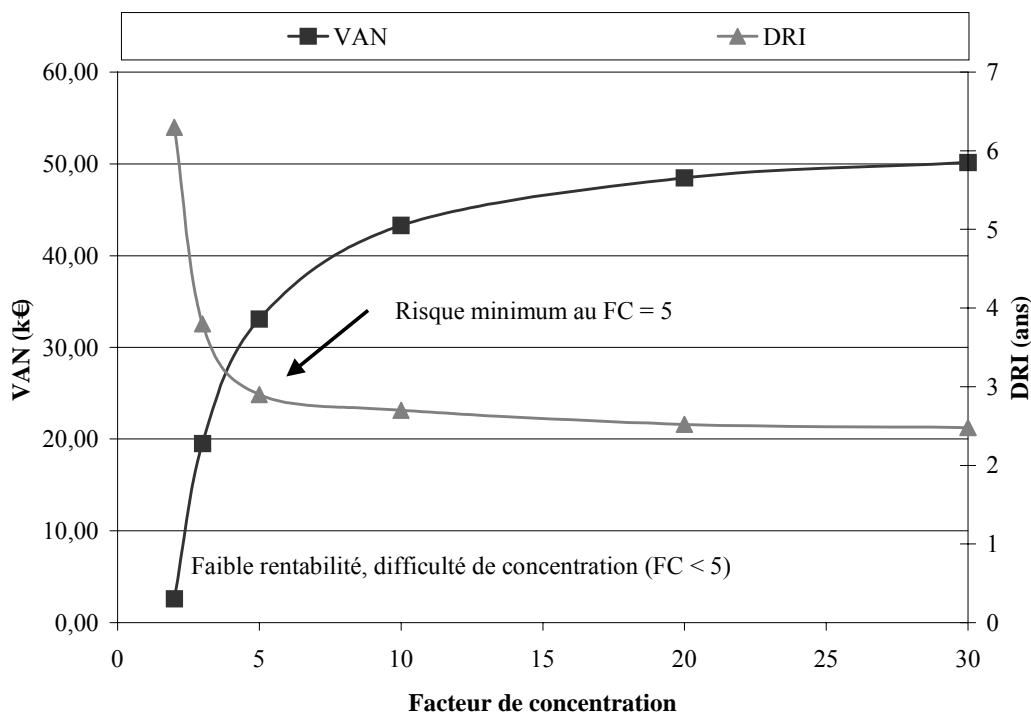


Figure 54 : Influence du facteur de concentration.

Lorsque le facteur de concentration augmente de 2 à 30, la VAN augmente de 2,59 à 50,15 k€ et le DRI diminue de 6,3 à 2,5 ans. Les allures des courbes de VAN et DRI ont une forme logarithmique (VAN) et hyperbolique (DRI).

Pour de forts facteurs de concentration (de 20 à 30), la VAN et le DRI forment dans cette partie une asymptote horizontale (environ 49,50 k€ et 2,5 ans). La VAN n'augmente que de 3 %. Il n'est donc pas intéressant de concentrer, au-delà du facteur 20, pour un gain aussi faible.

Pour le facteur de concentration 10, la VAN est de 43,34 k€ et le DRI de 2,7 ans, c'est le point de référence de la rentabilité économique du projet.

Pour le facteur de concentration 5, les résultats de VAN (33,08 k€) et de DRI (2,9 ans) montrent que la rentabilité est conservée.

Pour le facteur de concentration 2, la rentabilité est très faible (2,59 k€). Et l'intérêt de ce point de fonctionnement ne se justifie pas.

Pour un facteur de concentration inférieur à 5, les allures des courbes montrent que la VAN diminue fortement (de 33,08 à 2,59 k€) et que le risque augmente (de 2,9 à 6,3 ans). Quand le facteur de concentration est faible, les courbes forment une asymptote verticale.

De plus, la faisabilité technique du procédé nous indique l'impossibilité de concentrer l'effluent lorsque l'évaporateur atteint un facteur de concentration de 2 ou 3.

L'aspect rentabilité vient donc conforter le point de vue technique puisque le gain ne justifie pas le choix d'un fonctionnement à faible facteur de concentration.

### 5.5.2. Étude du risque

Nous allons aborder l'étude du risque, en vue de cerner une valeur acceptable et une durée de risque réaliste pour les entreprises.

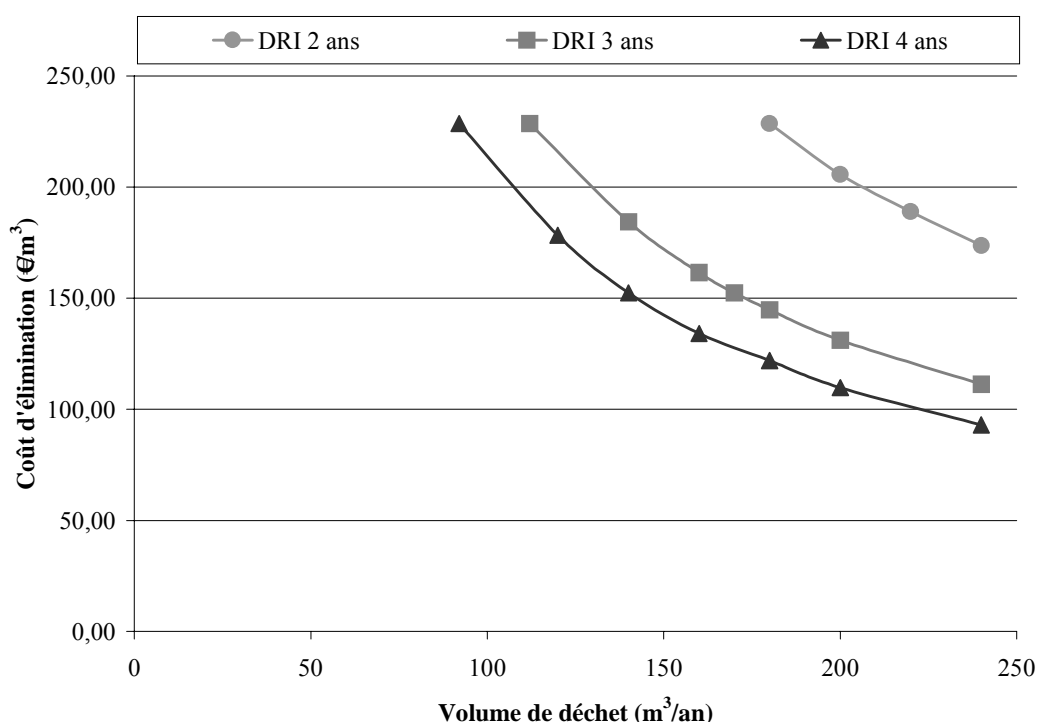
#### 5.5.2.1. DRI en fonction du coût d'élimination et du volume

Nous allons suivre les limites de rentabilité de notre matériel d'étude (Vacuest 40).

Les limites du domaine au point de fonctionnement moyen (débit 30 l/h ; consommation énergétique 133 kWh/tonne traitée ; facteur de concentration 10) sont présentées en Figure 55. Le paramètre DRI évolue en fonction de deux grandeurs, le volume (en abscisse) et le coût d'élimination (en ordonnée). Ce graphique permet de décrire une zone de risque et de rentabilité. La rentabilité dans le cas particulier de l'étude du DRI est atteinte dès que la valeur de la VAN a retrouvé l'investissement ( $VAN = 0$ ). Nous allons estimer en combien de temps les 45 k€ investis se retrouvent avec le couple volume/coût d'élimination.

La durée du risque est exprimée sur trois niveaux : 2, 3 et 4 ans. L'allure de la courbe du DRI se présente sous forme hyperbolique.





**Figure 55 : Limites de rentabilité en fonction du DRI.**

Tous les points d'entrée d'un couple volume/coût d'élimination qui sont au-dessus de la courbe d'un DRI donné sont acceptés rentables. Mais pour tous ceux qui sont au-dessous, la rentabilité du projet nécessite un DRI plus long.

Les DRI sont fonction d'une gamme de volume. Plus le DRI augmente, plus la gamme de volume augmente. Les résultats sur le DRI sont :

- Pour une base de 2 ans, le volume est de 180 à 240 m<sup>3</sup> au coût de 228,67 à 173,79 € ;
- Pour une base de 3 ans, le volume est de 110 à 240 m<sup>3</sup> au coût de 228,67 à 111,28 € ;
- Pour une base de 4 ans, le volume est de 90 à 240 m<sup>3</sup> au coût de 228,67 à 93 €.

Pour un coût inférieur ou égal à 152,45 €, une zone se délimite suivant le DRI, dans la gamme de volume de 170 à 240 m<sup>3</sup> (DRI 3 ans) et de 140 à 240 m<sup>3</sup> (DRI 4 ans). Cependant, nous sommes dans la zone non rentable (au-dessous de la courbe), quel que soit le volume au DRI de 2 ans.

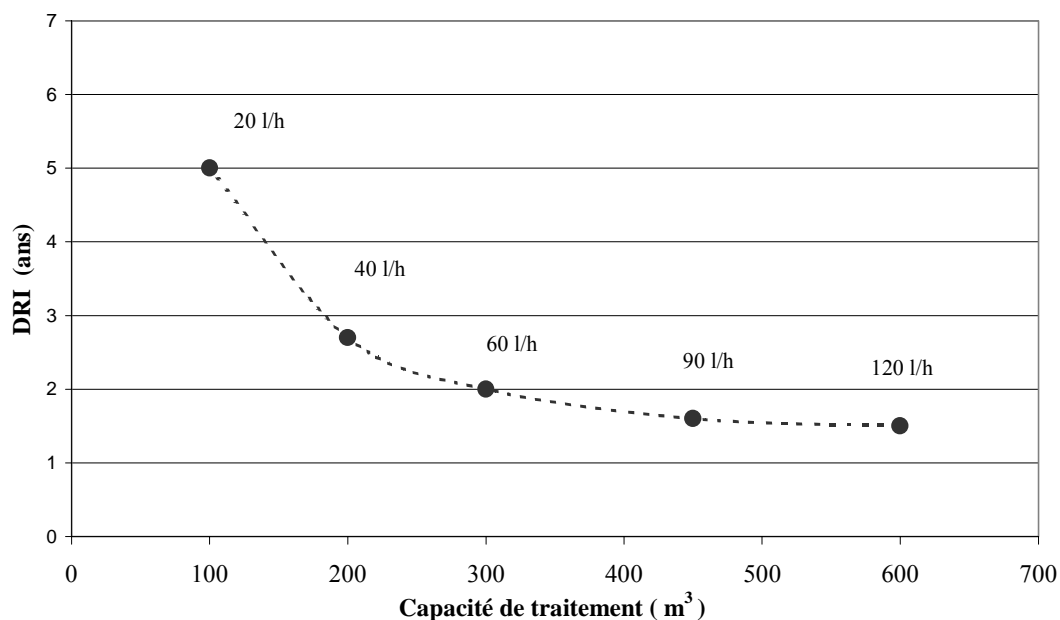
Lorsque le DRI passe de 2 à 3 ans, la gamme de volume augmente de 70 m<sup>3</sup> et le coût diminue de 62,50 €. Lorsque le DRI passe de 3 à 4 ans, le volume augmente de 20 m<sup>3</sup> et le coût diminue de 18,30 €.

Faire le choix du DRI de 4 ans n'améliore que faiblement les plages de volume et de coût. Le choix du DRI de 2 ans n'offre qu'une plage étroite de possibilités. Le choix du DRI 3 ans offre la meilleure plage de rentabilité du couple volume/coût. C'est l'ordre de grandeur à retenir.

Cet abaque permet de positionner rapidement la situation des entreprises (entrer le volume et le coût) et d'estimer la rentabilité de l'opération. Il permet d'appréhender le risque de différentes manières.

#### 5.5.2.2. DRI en fonction de la capacité de traitement

Nous étudions le paramètre DRI en fonction de la capacité de traitement pour mettre en évidence le volume à partir duquel le risque devient important, en Figure 56.



**Figure 56 : DRI en fonction de la capacité de traitement.**

Pour ce qui concerne le matériel de notre étude, l'évaporateur Vacudest 40 correspond à la capacité de traitement de 200 m³ (débit de 40 l/h), le contexte est

un DRI de 3 ans. Lorsque la capacité de traitement augmente de 100 à 600 m<sup>3</sup>, le débit augmente de 20 à 120 l/h et le DRI diminue de 5 à 1,5 ans.

La durée de vie du matériel fixée à 7 ans est une limite de rentabilité économique puisqu'il sera impossible de récupérer l'investissement sur l'horizon de projet pour des faibles volumes.

L'allure du DRI a une forme hyperbolique, notre point d'étude montre que le risque est optimum à la faible capacité de 200 m<sup>3</sup>. D'une part, pour des capacités inférieures, le risque augmente rapidement (asymptote verticale DRI supérieur à 3 ans) et d'autre part, pour des capacités supérieures, le risque diminue faiblement (asymptote horizontale DRI inférieur à 2 ans)

Nous avons mené l'étude expérimentale au point critique à partir duquel la valeur du risque devient importante pour de faibles volumes et ne justifie pas l'investissement d'un procédé d'évaporation par rapport au contexte économique.

### 5.5.3. Quelques cas de l'Industrie Mécanique

Nous avons obtenu, auprès des industriels de la mécanique, quelques données d'informations pour établir le calcul de rentabilité d'unités installées à l'issue de nos travaux. Les données propres à chaque entreprise sont : le volume, le coût d'élimination, le facteur de concentration et l'investissement. Les données et les résultats des critères sont résumés dans le Tableau 30.

**Tableau 30 : Résultats industriels.**

<b>Sociétés/types évaporateur</b>	<b>Volume (m<sup>3</sup>)</b>	<b>Coût d'élimination (€)</b>	<b>FC</b>	<b>Investissement (k€)</b>	<b>VAN (k€)</b>	<b>DRI (ans)</b>
Dassault CMV	190	131,10	15	45,73	29,57	3
Denisson CMV	650	137,20	20	76,22	213,42	1,4
Montabert PAC	1100	121,95	16	106,71	286	1,6

Nous présentons les valeurs des sociétés qui couvrent le domaine d'application du secteur industriel de la mécanique. Suivant les sociétés, les volumes évoluent de 190 à 1100 m<sup>3</sup>, le coût d'élimination de 121,95 à 137,20 €, le facteur de concentration de 15 à 20, et les investissements de 45,73 à 106,71 k€, ces derniers sont fonction des volumes d'effluents traités.

Les valeurs de VAN sont calculées pour un horizon de 7 ans.

La société Dassault qui est équipée d'une CMV, traite 190 m<sup>3</sup>, au coût d'élimination de 131,10 €, atteint un facteur de concentration de 15 ; avec un investissement de 45,73 k€, elle affiche une VAN de 29,57 k€ et un DRI de 3 ans.

La société Denisson qui est équipée d'une CMV, traite 650 m<sup>3</sup>, au coût d'élimination de 137,20 €, atteint un facteur de concentration de 20 ; avec un investissement de 76,22 k€, elle obtient une VAN de 213,42 k€ et un DRI de 1,4 ans.

La société Montabert qui est équipée d'une PAC, traite 1100 m<sup>3</sup>, au coût d'élimination de 121,95 €, atteint un facteur de concentration de 16 ; avec un investissement de 106,71 k€, elle affiche une VAN de 286 k€ et un DRI de 1,6 ans.

Pour un volume important et supérieur à 650 m<sup>3</sup>, le gain devient substantiel et supérieur à 213,42 k€ pour une durée inférieure à 2 ans. Dans ces conditions, le traitement sur site se justifie de façon économique.

Après consultation des industriels, il s'avère que la méthode utilisée pour le calcul du DRI est proche de la réalité des résultats économiques obtenus a posteriori.

La méthode développée sur la base des critères VAN, DRI permet la détermination d'un ordre de grandeur ; il est cependant conseillé, suivant le site industriel, d'affiner les calculs où d'ajouter des données spécifiques.

#### 5.5.4. Synthèse

Dans un contexte économique peu favorable au coût élevé des traitements, l'Agence de l'Eau propose des aides, soit par participation à l'investissement, soit par subvention ponctuelle à l'élimination des déchets. Lors de la mise en place d'un procédé de traitement sur site, l'Agence peut stimuler une orientation écologique individuelle avec réutilisation de la phase aqueuse produite.

Tout en bénéficiant des aides de l'Agence de l'Eau, une PME qui possède un volume d'effluents de 200 m<sup>3</sup>/an à traiter, au coût d'élimination de 152,45 €/m<sup>3</sup>, pourra s'orienter soit :

- sur un équipement individuel représentant un investissement de 45,73 k€ et un fonctionnement de 7,62 k€, où la rentabilité économique, sur un horizon de projet de 7 ans, sera de l'ordre de 45,73 k€ (Valeur Actualisée Nette) avec un délai de retour sur investissement (DRI) de 2,7 ans pour la PAC et la CMV ;
- sur le TPC dont l'investissement inférieur de moitié, mais au coût de fonctionnement multiplié par deux (15,24 k€), offrira une rentabilité identique et un DRI de 2 ans .

La rentabilité économique est justifiée et le risque est inférieur à 2 ans pour des volumes supérieurs à 200 m<sup>3</sup>/an.

Pour des volumes d'effluents inférieurs à 100 m<sup>3</sup> /an, la « faible » quantité à traiter soulève les deux orientations suivantes :

- la réduction du volume d'effluent à la source ;
- le volume d'effluent à traiter est une donnée stable pour l'avenir.

Nous discuterons la comparaison des techniques, nous effectuerons l'optimisation des coûts des techniques existantes et nous parlerons des possibilités pour obtenir la rentabilité du traitement pour de faibles quantités. Le traitement en interne se présente donc comme une alternative favorable pour les entreprises soucieuses de préserver l'environnement par la maîtrise des flux polluants.

## **6. DISCUSSION**

### **6.1. Introduction**

A l'issue du chapitre résultat et des synthèses, nous allons discuter les possibilités d'améliorer les techniques et d'optimiser les coûts économiques. Dans la deuxième section, nous allons comparer les fluides et les procédés. Dans la troisième section, nous orienterons le choix en vue d'améliorer la phase aqueuse. Pour cela, nous regarderons le critère d'efficacité de séparation. Nous réaliserons le couplage d'une technique membranaire et discuterons les résultats. Dans la quatrième section, nous nous intéresserons à l'amélioration des procédés d'un point de vue technique et économique. Pour ce dernier, nous effectuerons l'optimisation des coûts des techniques existantes et nous verrons que l'économie joue le rôle de bras de levier dans l'amélioration des technologies. Dans la cinquième section, nous émettrons les perspectives. La sixième section énoncera la synthèse des travaux.

## 6.2. Comparaison

### 6.2.1. Des fluides de coupe

#### 6.2.1.1. Conductivité

La comparaison des fluides de coupe peut faire l'objet d'un critère d'analyse comme la conductivité. Dans le cas étudié, pour le fluide de type micro-émulsion Condat Polybio 150 usé (cf. Tableau 10) et suite aux travaux du Cetim [Cetim, 1997], nous remarquons une sensibilité particulière sur la mesure de la conductivité qui permettrait d'établir l'état de dégradation du fluide de coupe, puisque ce type de mesure prend en considération : les éléments minéraux, les particules métalliques et les produits organiques chargés. Ces points participent activement à la dégradation du fluide de coupe pendant l'opération d'usinage. La mise en oeuvre d'un appareil d'analyse en ligne sur le fluide en service est assez simple. De façon générale, cette mesure de la conductivité différentielle en amont de l'évaporateur permettrait de gérer les niveaux d'entrées, en particulier le suivi des fluctuations de concentration, de pollution,... Elle permettra de réduire le coût de traitement puisqu'elle va pouvoir dire quand il sera nécessaire de traiter le fluide de coupe en service.

#### 6.2.1.2. Valeurs de $k$

La comparaison des fluides de coupe porte sur le comportement des fluides du point de vue de l'échange thermique d'un procédé. Rappelons qu'il est possible de classer les fluides par ordre de difficulté d'évaporation par la valeur du coefficient d'échange thermique global  $k$ . Ce dernier est lié directement au débit de production de distillat  $Q$  pour le procédé CMV.

Le traitement des fluides Motul Biocool 100 F, Condat Polybio 150, Elf Emulself G3EAB donne les valeurs de  $k$  en fonction du facteur de concentration en utilisant l'évaporateur CMV (Tableau 31).

Tableau 31 : Valeurs de  $k$  CMV en fonction du facteur de concentration.

Fluides/critères	$k(W/m^2\text{°C})$	$Q$ (kg/h)	FC
Motul Biocool 100 F	1780	37	30
Condat Polybio 150	1657	32	10
Elf Emulself G3EAB	1580	29	5

Nous nous apercevons que les fluides de coupe n'ont pas le même comportement du point de vue de l'échange thermique et du facteur de concentration. Les valeurs de  $k$  (de 1780 à 1580  $W/m^2\text{°C}$ ) et du débit de production de distillat  $Q$  (de 37 à 29 kg/h) montrent que l'échange thermique du procédé évolue en fonction du facteur de concentration (de 30 à 5). Le facteur de concentration de 5 indique la limite de faisabilité du procédé CMV à concentrer par évaporation le fluide de coupe. Il est toujours possible pour l'industriel de faire deux choix : celui du traitement sachant que la rentabilité économique est validée ou celui d'un autre procédé d'évaporation dont le facteur de concentration atteindra la valeur de 10. Il convient de rappeler que le fluide Elf Emulself G3EAB est utilisé pour des contraintes d'usinages très sévères.



### En résumé

---

La valeur de **k** permet de classer les fluides par ordre de difficulté relative à l'échange thermique pour un procédé d'évaporation choisi. Les valeurs de **k** et du facteur de concentration FC montrent qu'il est plus facile de concentrer un fluide monophasique de type solution que les fluides biphasiques de type micro-émulsion. Ces deux valeurs permettent de connaître la gamme admissible de l'évaporateur existant en fonction des caractéristiques des fluides de coupe.

A cause de la négociation financière annuelle des fournisseurs de lubrifiants, les entreprises mécaniciennes changent souvent de fluide de coupe au sein de l'atelier. Par contre, l'horizon de projet est plus important pour l'implantation d'un traitement en interne (environ de 3 ans). Ce qui nous amène à connaître les valeurs de **k** admissibles pour l'évaporateur, en vue de faciliter le choix d'un nouveau fluide de coupe qui reste compatible à un traitement futur.

---

### 6.2.2. Des trois procédés

Nous allons mener l'analyse technique sur deux points particuliers. En premier, comme chaque procédé possède une pression de service différente, nous allons tester un fluide et contrôler la qualité de la phase aqueuse. Cela va nous permettre d'observer l'influence de la pression de saturation. En second, nous allons suivre l'encrassement des échangeurs au tartre. Pour cela nous allons étudier la formation de tartre avec l'eau du réseau, nous allons observer les conditions opératoires des procédés. Enfin, nous terminerons par les valeurs particulières pour un fluide de coupe qui, nous le verrons, a tendance à favoriser le mécanisme d'encrassement. Le dernier paragraphe présente l'analyse économique des procédés pour un volume d'effluent moyen de 200 m<sup>3</sup>/an et pour une capacité plus étendue.

#### 6.2.2.1. Analyse technique de l'influence de la pression

Nous allons comparer la qualité du distillat d'une micro-émulsion usée suivant les trois techniques : CMV, PAC et TPC.

Nous comparons les distillats en étudiant leur : pH, DCO, hydrocarbures totaux (HCT), volume d'huile relarguée et bactéries aérobies présentes. Le Tableau 32 présente l'influence de la pression pour le traitement du fluide Polybio utilisé. Les caractéristiques du fluide utilisé sont une DCO de 160 g/l, pH de 9 et le nombre de bactéries aérobies  $10^6$  colonies/ml.

**Tableau 32 : Comparaison des distillats.**

Critères	CMV	PAC	TPC
Pression (mbar)	600	58	1000
pH	9	7	9,5
DCO (g/l)	2	0,7	7
HCT (mg/l)	50	30	-
Volume d'huile (l/ m <sup>3</sup> traité)	4	0,3	10
Bactéries Aérobie (colonies/ml)	exempt	$10^4$	exempt

(-) non mesuré

Les résultats des mesures ne sont pas identiques suivant le procédé utilisé. Les valeurs de pH, DCO, d'hydrocarbures totaux, de quantité d'huile relarguée sont plus importantes pour la CMV et le TPC. Toutefois, la présence d'huile dans le distillat et les hydrocarbures totaux font que le distillat n'est pas conforme au rejet en station d'épuration, quelle que soit la technique utilisée.

Comme nous allons le montrer dans l'étude d'ultrafiltration, il sera possible de séparer la fraction huileuse du distillat avec une membrane céramique et de rendre le rejet vers une station d'épuration, dans la majorité des cas conforme à la législation. Cependant pour la CMV et le TPC, le pH et la DCO sont supérieurs aux seuils de rejets.

Les raisons de cette différence sont explicables en comparant les pressions de fonctionnement (1000 mbar pour le TPC, 600 mbar pour la CMV, et 58 mbar pour la PAC). Lorsque la pression de saturation diminue, la tension de vapeur des corps purs diminue également, ainsi la DCO diminue de 7 à 0,7 g/l, comme la quantité d'huile évaporée qui passe de 10 à 0,3 litres, les hydrocarbures totaux de 50 à 30 mg/l, et le pH de 9,5 à 7.

La quantité de produits organiques évaporés est moindre pour la PAC. Cependant, le distillat contient des bactéries aérobies provenant de l'émulsion usée de départ ( $10^6$  colonies/ml). C'est l'effet thermique qui stérilise le distillat dans les systèmes CMV et TPC, puisque la température de la vapeur est supérieure à 100 °C, alors que celle du système PAC est à 37 °C. Pour le distillat contenant  $10^4$  colonies/ml de bactéries aérobies, il sera alors nécessaire soit d'ajouter une filtration sur membrane, soit de prévoir l'addition d'un biocide.

Pour une concentration identique en fluide usé, la qualité du distillat est meilleure quand la pression diminue sauf en ce qui concerne la contamination bactérienne.

#### 6.2.2.2. Analyse technique de l'influence de l'encrassement au tartre

Pour différentes technologies d'évaporation, nous allons suivre les diverses variables qui favorisent le phénomène d'entartrage. Nous allons faire l'examen des conditions opératoires réunies et décrire le caractère parfois "tartrifuge" de certains effluents. Nous allons exploiter la méthode de calcul développée qui combine les deux aspects thermodynamique et cinétique, en vue de donner un ordre de grandeur sur l'entartrage des échangeurs de chaleur pour les procédés CMV, PAC et TPC. Nous allons reprendre l'expertise du dépôt de tartre produit par l'eau de ville.

##### Examen de dépôt

Un examen visuel permet de déterminer la couleur du dépôt (souvent coloré en beige par le fer), son homogénéité ou hétérogénéité, sa structure granuleuse ou très fine et son adhérence au support. L'état de surface métallique a son importance, en effet, le tartre se dépose plus facilement sur des surfaces rugueuses présentant des irrégularités à l'échelle microscopique. L'importance d'un entartrage se mesure soit en mm d'épaisseur de dépôt, soit en mg par centimètre carré de surface [Greth, 1989].

Les conditions opératoires étudiées sont l'ébullition, le flux de chaleur, le gradient paroi-effluent, la température de l'effluent, la vitesse de circulation, le régime d'écoulement (Re), la formation du dépôt de tartre et le calcul de la vitesse de formation du carbonate de calcium. Le Tableau 33 résume les conditions opératoires des évaporateurs et pour certains la présence d'un encrassement au tartre.

Tableau 33 : Conditions opératoires du dépôt de tartre dans les appareils industriels.

<b>Évaporateur</b>	<b>CMV</b>	<b>PAC</b>	<b>TPC</b>
Ébullition	Nucléée en piscine	Flash	Nucléée en convection forcée
Flux de chaleur (kW/m <sup>2</sup> )	30	20	160
Gradient température paroi-effluent (°C)	14	5	45
Température de l'effluent (°C)	86	45	85
Vitesse de circulation (m/s)	Faible	0,3	0,3
Re	-	5000	20000
Tartre	Croûte	Pas de dépôt	Pas de dépôt
Vitesse de dépôt (mm/h)	$2,4 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$

Nous remarquons l'influence des types d'ébullition. L'ébullition nucléée en paroi favorise des surconcentrations locales et des sites de nucléation en paroi, la création de germes et de dépôts lors de la vaporisation de l'eau tandis que l'ébullition flash s'effectue sans surface de contact.

L'examen général des procédés donne :

Les essais expérimentaux montrent que la CMV a tendance à s'encrasser, elle nécessite des nettoyages plus fréquents.

Il faut noter que 1 mm de dépôt de CaCO<sub>3</sub> se dépose sous forme de croûte incrustante sur le faisceau tubulaire pendant l'évaporation de 10 m<sup>3</sup> d'eau (réseau d'eau de Saint-Etienne) en 240 heures.

La température de paroi côté condensation vapeur est de 100°C, avec un gradient de température de 14 °C, donne une température d'ébullition de l'effluent de 86°C ; la vitesse de circulation du fluide au contact de la paroi est estimée très faible. La vitesse de dépôt est plus élevée à haute température ( $2,4 \cdot 10^{-5}$  mm/h à 90 °C). L'ordre de grandeur calculé à partir de la cinétique d'entartrage à la température de 90°C donne un dépôt de 0,005 mm pour 240 heures pour la qualité de l'eau de Saint-Etienne (concentration en calcium  $C = 32$  mg/l et un pH de 7,6). Il est vrai que c'est 200 fois moins en épaisseur, mais le calcul ne tient pas compte que l'essai s'est effectué sous un facteur de concentration très important ( $FC > 300$ ) et que la concentration en calcium a évolué au cours du temps. Pour 400 ppm de calcium et 240 heures, le dépôt calculé est de 1,2 mm, la valeur est proche de notre résultat expérimental.

Le procédé PAC fonctionne sous les conditions suivantes : la température de paroi est à 50 °C côté fréon, la veine de liquide est surchauffée à 45 °C et la vitesse de circulation est de 0,3 m/s (Nombre de Reynolds,  $Re > 3000$  indique un régime d'écoulement turbulent). La cinétique de dépôt est plus faible à basse température ( $1 \cdot 10^{-6}$  mm/h à 40 °C). Les conditions sont réunies pour permettre d'éviter le tartre en paroi, peut-être par la vitesse de circulation de la veine liquide. L'examen du faisceau tubulaire confirme l'absence de tartre sous forme de croûte incrustante. Il se produit toutefois une germination de tartre dans le liquide. A vitesse de circulation nulle (cas de la machine à l'arrêt), nous avons vérifié que le tartre se dépose sur l'ensemble des parois en contact avec le liquide.

Le procédé TPC possède un fort gradient de température de 45 °C qui est présent entre la paroi interne et l'effluent. La vitesse de dépôt est favorisée par la température de la veine liquide (85 °C) et par l'ébullition nucléée, cependant le régime d'écoulement donne un nombre de Reynolds  $Re$  élevé de 20000. Le régime d'écoulement est turbulent pour la vitesse de 0,3 m/s. Lors des essais, aucun dépôt n'est constaté malgré le caractère légèrement incrustant de l'eau Grenobloise (concentration en calcium  $C = 58$  mg/l et un pH de 6,5 et une vitesse de dépôt importante de  $1 \cdot 10^{-5}$  mm/h à 90 °C). C'est probablement dû au régime d'écoulement (0,3 m/s) et à la température de paroi interne du tube (125°C).

En particulier, l'influence de la vitesse de circulation sur l'encrassement semble intervenir.

Les évaporateurs PAC et TPC où le liquide circule en convection forcée dans le ou les tubes, ont une vitesse de circulation de 0,3 m/s et possèdent un régime d'écoulement turbulent. Après expertise des tubes, le dépôt n'est pas constaté quelle que soit la cinétique d'entartrage à la température 45 ou 85°C. Par conséquent, pour une vitesse de circulation à la paroi très faible due à l'ébullition nucléée en piscine (dans le cas CMV), le dépôt incrustant est constaté.

Nous sommes amenés à penser que d'une part, une très faible vitesse de liquide et un régime d'écoulement laminaire ont tendance à favoriser le dépôt en paroi du tube. D'autre part, une vitesse à partir de 1 m/s peut aussi amplifier le mécanisme de dépôt [Grillot, 1997] (même si la géométrie des surfaces exposées est différente). Les travaux de Grillot présentent l'encrassement liquide des échangeurs compacts avec des expériences *in situ*. Il fait l'analyse de paramètres en vue d'améliorer la détection et la prévention. Ces essais expérimentaux, basés sur des pesées de dépôt de  $\text{CaCO}_3$  sur des surfaces de tube semi-annulaire, ont mis en évidence l'influence de la vitesse de circulation, la valeur du pH et la valeur de sursaturation (S).

Nous présentons en Figure 57 la quantité déposée sur la surface qui est une fonction du temps pour plusieurs vitesses de circulation.

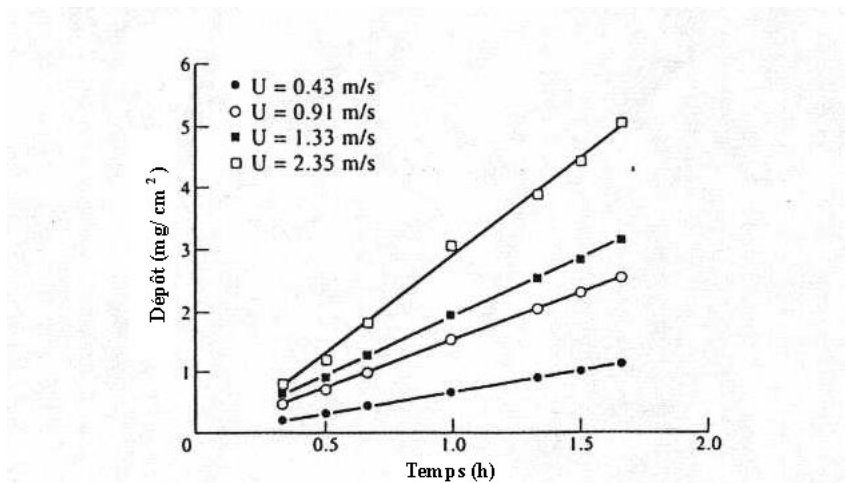


Figure 57 : Effet de la vitesse de circulation [Grillot, 1997].

Les vitesses de liquide sont croissantes de 0,4 m/s à 2,4 m/s, et au cours du temps, la quantité déposée augmente pour des conditions de température (23 °C) et de pH (10,5) données. La vitesse de circulation de 0,4 m/s est celle du dépôt minimum. La croissance est linéaire et définit le dépôt initial.

Nous nous intéressons maintenant à l'analyse des paramètres du fluide de coupe sur l'influence de l'encrassement, en particulier l'influence du pH et de la valeur de sursaturation  $S$ . Nous confirmons le point de vue de Grillot sur l'effet du pH et de la sursaturation  $S$ .

La Figure 58 décrit le dépôt de tartre en fonction du pH et de la sursaturation  $S$  sous les conditions de température de 23 °C et de vitesse de circulation de 0,4 m/s.

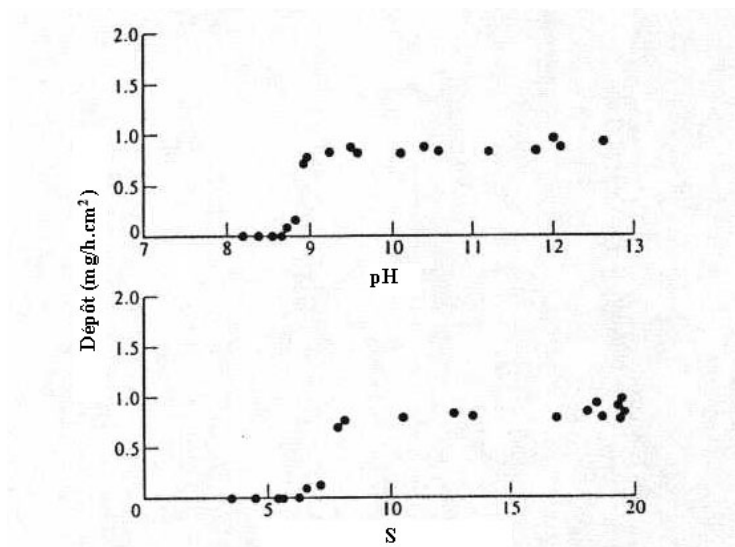


Figure 58 : Effet du pH et de la sursaturation  $S$  [Grillot, 1997].

Les deux graphiques montrent une brusque variation du dépôt de  $\text{CaCO}_3$  1 mg/h.cm<sup>2</sup> pour un pH > 8,8 et  $S$  > 8. En dessous de ces valeurs, le dépôt est inexistant.

#### Influence du pH

Les fluides de coupe aqueux sont des milieux tamponnés vers un pH de 9 à 9,3 pour des raisons de proliférations de micro-organismes. La valeur du pH d'un effluent est égale à 9. D'après les travaux sur l'effet du pH (Figure 58), la quantité de  $\text{CaCO}_3$  en fonction du pH indique une condition favorable au dépôt de tartre dans le cas des fluides de coupe.

Influence de la sursaturation

Cette valeur de  $S$  qui amorce le dépôt, l'augmentation de  $S$  ( $S > 8$ ) peut s'obtenir de deux façons :

- d'une part, par l'augmentation de température qui entraîne la diminution de la concentration à saturation  $C^*$  ;

Par exemple, pour l'eau de Saint-Etienne avec une concentration réelle  $C$  égale à 32 ppm, à la température de 90°C donne  $C^*$  égale à 4 ppm, le ratio  $S = 8$ , conditions en faveur du tartre.

- d'autre part, par une forte concentration d'alimentation en élément calcium contenu dans le déchet (certains fluides de coupe contiennent jusqu'à 300 mg/l de  $\text{Ca}^{2+}$ ) ainsi qu'un facteur de concentration élevé ( $FC = 10$  ou  $20$ ). L'action combinée de la concentration d'alimentation en calcium et du facteur de concentration final donnent dans l'évaporateur une concentration importante en calcium de 3 à 6 g/l.

Par exemple, là où des substances comme le gypse restent solubles pour des faibles facteurs de concentration ( $FC = 2$ ) dans l'eau de mer ; au facteur de concentration 10 obtenu régulièrement sur nos procédés, la limite d'insolubilité est atteinte pour les conditions d'une température de 80°C et 100 ppm en concentration d'alimentation (cf. Figure 16).



### En résumé

---

La présence de tartre est due à l'influence de plusieurs grandeurs caractéristiques de l'effluent : la concentration en calcium initiale, le pH, le facteur de sursaturation S, les conditions opératoires, la température de l'effluent (effet de la température sur la cinétique d'entartrage), la vitesse de circulation et la forme de l'ébullition.

De façon générale, d'après la méthode de calcul développée sur la cinétique du carbonate de calcium et les résultats expérimentaux obtenus, il est nécessaire d'avoir une ébullition à basse température (faible pression de saturation comme la PAC) pour diminuer l'encrassement de nos procédés.

---

#### 6.2.2.3. Analyse économique des procédés

Nous allons étudier la comparaison économique des divers procédés (CMV, PAC, TPC) tout d'abord pour un volume donné de  $200 \text{ m}^3$ , ensuite pour une capacité de traitement plus étendue de 100 à  $1000 \text{ m}^3$  correspondant aux besoins de l'Industrie Mécanique.

Nous allons étudier en Figure 59 la consommation spécifique, l'investissement, les dépenses de fonctionnement, la VAN et le DRI propre à chaque procédé, pour les conditions suivantes : un coût d'élimination de 152,45 €, un facteur de concentration de 10 et un volume de  $200 \text{ m}^3$ .

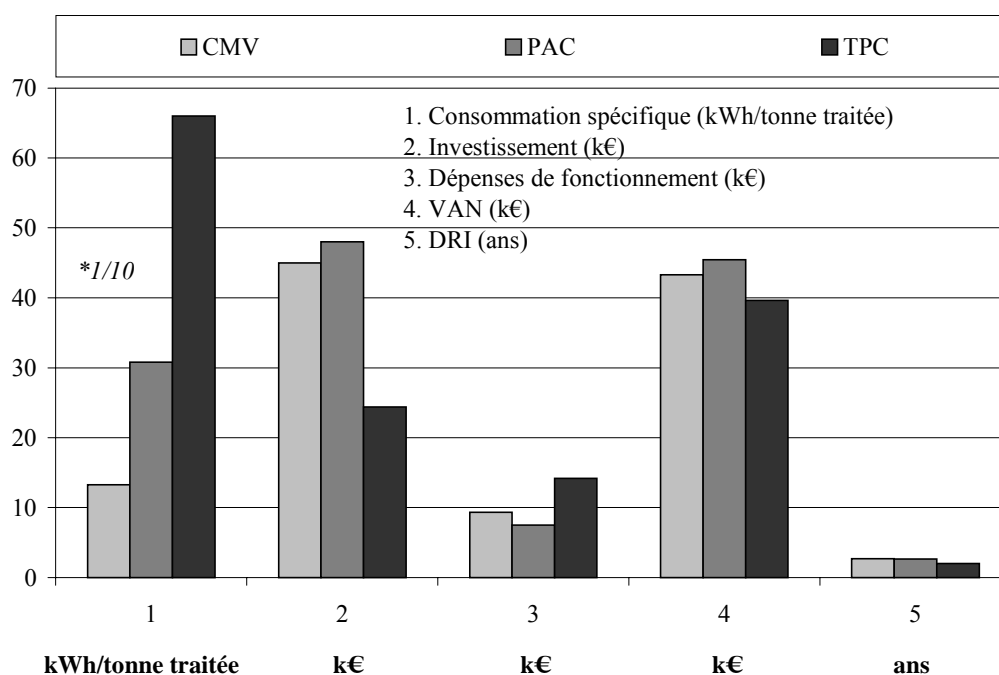


Figure 59 : Comparaison des procédés.

La consommation énergétique spécifique suivant le procédé augmente de 133 à 660 kWh/tonne traitée. La CMV représente le système pour lequel la consommation est minimale de 133 kWh/tonne traitée. La PAC consomme le double soit 308 kWh/tonne traitée. Le TPC consomme de l'énergie électrique directement appliquée sur le tube pour évaporer de l'eau, 660 kWh/tonne traitée. Les coûts énergétiques vont se retrouver de façon proportionnelle dans les dépenses de fonctionnement.

L'investissement global d'une unité de traitement est de 44,97 k€ en CMV, 48,02 k€ en PAC et 24,39 k€ en TPC. Nous avons fait une étude sur l'évaporateur TPC en vue de diminuer le coût d'investissement. Ce coût est divisé par deux par rapport aux technologies CMV et PAC.

Les dépenses de fonctionnement sont de 9,24 k€ pour la CMV, de 7,47 k€ pour la PAC et de 14,18 k€ pour le TPC. Même si le coût énergétique double pour le système PAC par rapport à la CMV, la diminution du coût de maintenance compense le coût global des dépenses de fonctionnement. Le TPC a la plus importante dépense due à son importante consommation énergétique mais les coûts de fonctionnement sont inférieurs à 15,24 k€/an.

Le résultat de rentabilité du critère financier VAN donne un gain de 43,34 k€ en CMV, de 45,42 k€ en PAC et de 39,63 k€ en TPC. Même lorsque les dépenses de fonctionnement varient du simple au double entre CMV, PAC et TPC, le gain de la VAN est de l'ordre de 45 k€ sur l'horizon de projet.

Le résultat du DRI montre une valeur inférieure à 3 ans. Le DRI de la CMV et de la PAC sont identiques de 2,7 ans. Le DRI du TPC est de 2 ans.

Pour obtenir un DRI de 2 ans, il faut donc diminuer l'investissement ou obtenir une aide financière.

La comparaison des procédés montre que le TPC, nouvelle technique en développement, a un aspect concurrentiel à jouer sur le marché de la concentration d'effluent.

Nous allons comparer le DRI de chaque procédé en fonction de la capacité de traitement.

L'étude du risque montre en Figure 60 la durée minimale nécessaire pour retrouver l'investissement de chaque évaporateur en fonction d'un volume de 100 à 1100 m<sup>3</sup>.

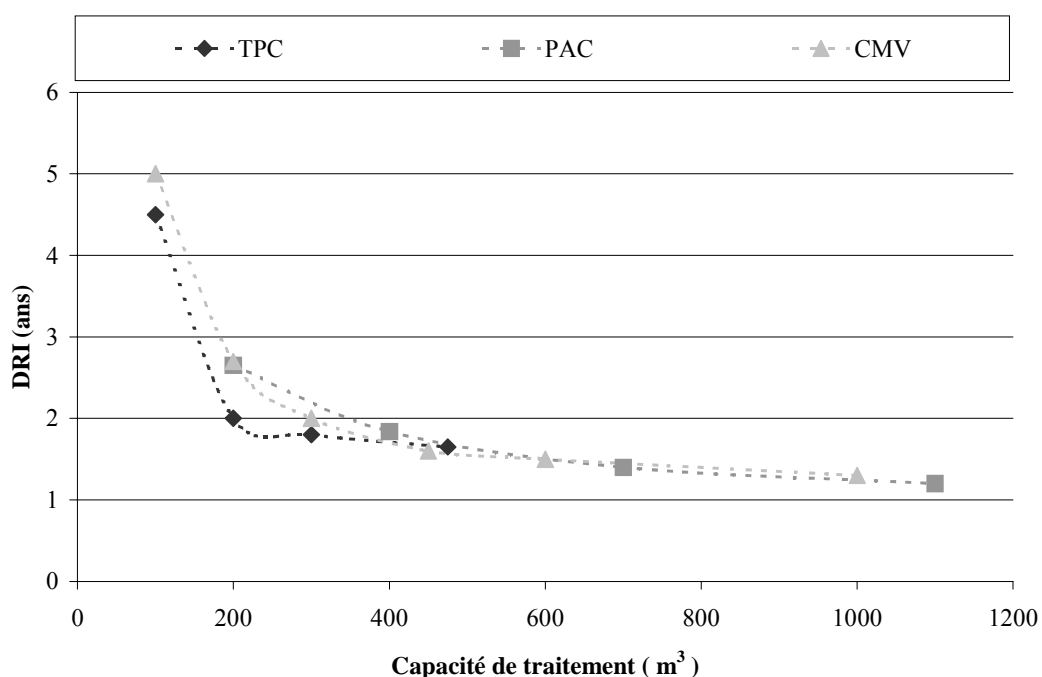


Figure 60 : Comparaison du risque.

L'allure générale a une forme hyperbolique, asymptote verticale de 3 à 5 ans pour les faibles volumes (inférieur à  $200 \text{ m}^3$ ) et asymptote horizontale inférieure à 2 ans pour les volumes importants (de 200 à  $1100 \text{ m}^3$ ).

Le DRI des procédés se montre confondu sur l'ensemble du domaine. Il est impossible de donner une prédominance.

Toutefois pour de faibles volumes de  $100 \text{ m}^3$ , la PAC n'est pas représentée, il n'y a pas de matériel vendu dans cette gamme, par contre le DRI est de 5 ans (CMV) et de 4,5 ans (TPC). Dans la gamme de capacité inférieure à  $300 \text{ m}^3$ , le TPC permet d'avoir le DRI minimum.

Le DRI pour le TPC est estimé pour une gamme de 100 à  $500 \text{ m}^3$ .

La diminution du DRI peut être accentuée par la diminution du coût d'investissement ou l'augmentation du coût d'élimination (supérieur à 152,45 €).

Pour une capacité inférieure à  $200 \text{ m}^3$  le prix du matériel et des essais permettront de faire le choix de la technique. Pour une capacité supérieure, nous observons que la CMV et la PAC offrent le même résultat, seuls les essais guideront le choix adapté aux circonstances. Toutefois, les performances de concentration et qualité de distillat sont meilleures pour un procédé à faible pression comme la PAC.

### 6.3. Amélioration de la phase aqueuse

#### 6.3.1. Augmentation de l'efficacité de séparation

Nous rappelons que l'amélioration de la phase aqueuse s'effectue par l'amélioration de l'efficacité de séparation. Comme nous l'avons défini sur le procédé d'évaporation, les deux mécanismes, l'entraînement mécanique de gouttes et la distillation d'un mélange non-miscible interviennent. Selon les résultats d'essais, la vitesse de la vapeur offre un entraînement négligeable. En ce qui concerne la distillation d'un mélange non-miscible, ce sont les caractéristiques de l'huile (tension de vapeur et masse molaire) qui interviennent avec le paramètre du procédé, la pression de saturation. Nous venons de présenter l'influence de cette dernière en fonction de la qualité du distillat. Plus la pression diminue, plus la qualité de la phase aqueuse s'améliore en considérant la quantité d'huile évaporée (cf. 6.2.2.1.). Mais l'action de diminuer la pression de saturation sur un procédé existant va avoir tendance à augmenter son débit volumique de vapeur, ce qui augmente la vitesse de la vapeur et risque d'avoir un effet positif sur le mécanisme de primage. Il est donc conseillé d'augmenter la section de passage dans ce cas précis. Dans le cas de la PAC, la pression de service diminue de 58 à 25 mbar mais la vitesse de la vapeur est identique puisque le débit volumique de vapeur est quasiment constant de l'ordre (de l'ordre de 800 à 700 m<sup>3</sup>/h). Cela s'explique par le débit de production de distillat qui diminue avec l'augmentation de la résistance de chaleur pendant l'étape de concentration. Un essai sous une pression de 25 mbar révèle la meilleure efficacité de séparation (>96 %) au dépens des performances de production (la consommation spécifique double tandis que le débit diminue de moitié).

Dans l'objet de compléter les travaux réalisés sur l'efficacité de séparation d'un mélange en émulsion eau-huile, il serait intéressant de simuler le rendement de séparation en fonction des caractéristiques des huiles puisque ces données ne sont pas disponibles et sont difficiles à mesurer, comme en particulier la tension de vapeur, dans le but de vérifier si la pression de travail doit être similaire ou inférieure à nos expérimentations. Cette nouvelle pression devrait satisfaire d'une part, la rentabilité de la construction de l'appareillage et d'autre part, la rentabilité du fonctionnement industriel de l'évaporateur. Le but étant de maximiser l'opération de séparation sur les technologies existantes, en vue d'obtenir un meilleur degré de pureté de la phase aqueuse, afin de faciliter sa réutilisation au sein des ateliers de l'industrie, tout en tenant en compte de l'aspect économique afin de conserver la rentabilité du projet.

#### 6.3.2. Ajout d'un traitement membranaire

L'ajout d'un traitement membranaire en vue d'améliorer la phase aqueuse peut s'effectuer de deux manières : en amont ou en aval de l'évaporateur.

### 6.3.2.1. Évaporateur et ultrafiltration

Nous présentons le couplage des techniques d'évaporation suivi de l'ultrafiltration.

Nous avons traité la micro-émulsion neuve Emulself G3EAB Elf, de concentration 2,5 %, par évaporation à compression mécanique de vapeur. Sa DCO avant traitement est de 150 g/l et son pH a une valeur de 9. En sortie de l'évaporateur, le distillat obtenu a un pH de 7 et sa teneur en hydrocarbures totaux a une valeur de 50 mg/l. L'huile décantée en surface n'est pas envoyée sur la membrane. La température du distillat est de 80°C. Il a un aspect blanchâtre, sa température est de 80°C, il possède une DCO moyenne de 2 g/l.

Afin d'améliorer la qualité du distillat, nous l'avons traité en ultrafiltration avec une membrane minérale. Des essais de concentration ont été réalisés à deux températures de fonctionnement différentes, 25°C et 80°C, afin de déterminer s'il est préférable ou non de refroidir le distillat avant traitement par ultrafiltration.

Les résultats de cet essai permettront d'envisager ou non le couplage des deux procédés comme une solution potentielle au traitement des micro-émulsions.

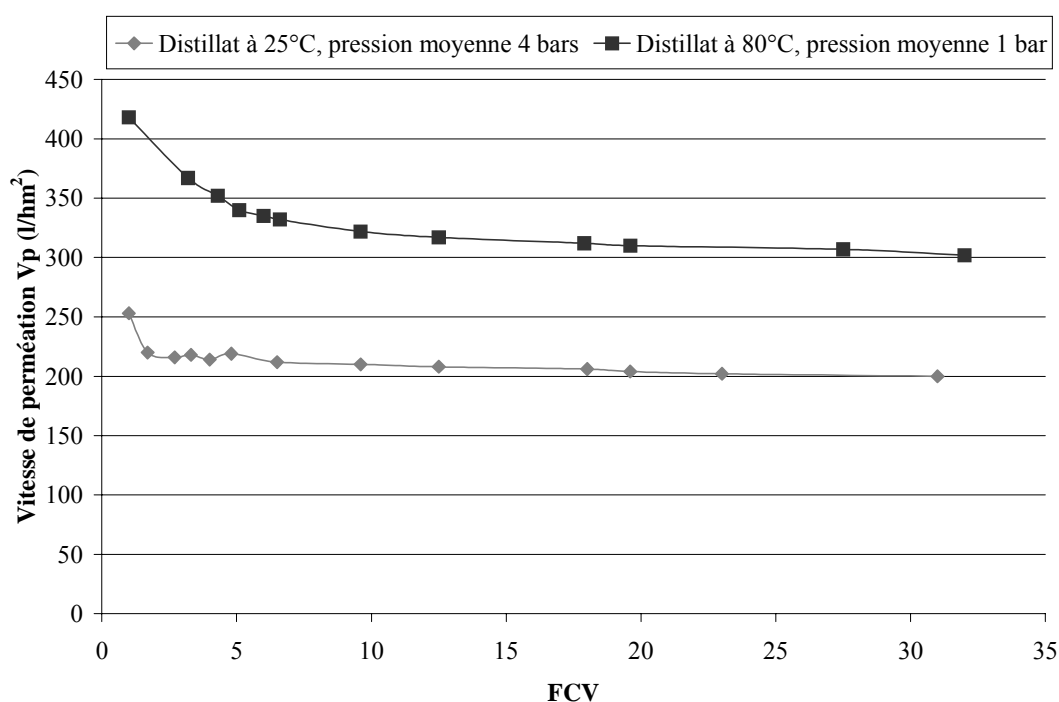
Les conditions opératoires optimales que nous avons retenues pour les deux températures de fonctionnement sont les suivantes :

- à 25°C, en appliquant une pression moyenne sur la membrane de 4 bars, nous obtenons une vitesse de perméation d'une valeur de 200 l/h m<sup>2</sup>. La DCO est de 0,9 g/l.
- à 80°C, en appliquant une pression moyenne de 1 bar, la vitesse de perméation obtenue a une valeur de 300 l/h m<sup>2</sup>. La DCO est de 1 g/l.

#### Mode opératoire de concentration

Nous allons décrire l'influence de la température et de la vitesse de perméation en fonction du facteur de concentration (FCV cf. section 4.5.2.4.) des distillats, Figure 61. Nous avons atteint, lors de nos essais, un facteur de concentration de l'ordre de 30. Les résultats obtenus montrent que la membrane minérale d'ultrafiltration est faiblement colmatée :

- à 25°C, la vitesse de perméation diminue de 250 à 200 l/h m<sup>2</sup> (perte de débit de 25 %) à la pression de 4 bars ;
- à 80°C, la vitesse de perméation évolue de 420 à 300 l/h m<sup>2</sup> (perte de débit de 30 %) à la pression de 1 bar.



**Figure 61 : Influence de la température sur la vitesse de perméation.**

D'autre part, nous constatons que la qualité du perméat reste constante lors de la concentration du distillat : à 25°C et 80°C, la DCO des perméats est de l'ordre de 1 g/l (moins d'erreurs de répétabilité sur un perméat monophasique).

Nous avons remarqué également que l'aspect du perméat obtenu est différent selon la température de fonctionnement. A 25°C, le perméat est transparent tandis qu'à 80°C, l'ultrafiltrat est transparent avec des traînées blanches en surface.

Le dosage des hydrocarbures totaux montre que la qualité de l'ultrafiltrat obtenue à 25°C est sensiblement meilleure ; en effet, sa teneur en hydrocarbures est inférieure à 5 mg/l tandis que celle de l'ultrafiltrat obtenu à 80°C est de 5 mg/l.

Entre 25°C et 80°C, la différence des teneurs en hydrocarbures n'est pas significative. Néanmoins, la température de 25°C semble plus favorable : il serait donc préférable de refroidir le distillat avant traitement par ultrafiltration. De plus, travailler à la température ambiante permettrait l'utilisation d'un pilote en matériau PVC, moins coûteux à l'achat que le pilote en acier inoxydable préconisé pour des températures proches de 80°C.

L'étude de la qualité de la phase aqueuse montre que l'ultrafiltrat obtenu à 25°C répond aux critères de rejet en station d'épuration, tels qu'ils sont définis par l'Arrêté du 2 février 1998 [Arrêté, 1998]. Le pH du perméat a une valeur de 7, sa DCO est de l'ordre de 1 g/l et sa teneur en hydrocarbures totaux est inférieure à 10 mg/l.

### Remarques

Ce type d'essai à de faible teneur en hydrocarbures nécessite un nettoyage de la membrane à la lessive de soude puisque la vitesse de perméation ne revient pas à la valeur initiale. Nous avons recherché les conditions opératoires optimales en diminuant la pression du module afin d'atteindre une perte de débit minimale sur le perméat. Les conditions trouvées pour le pilote d'ultrafiltration sont les suivantes : température 25°C, pression sortie du module 1,3 bar, pression entrée du module 2,1 bars, pression moyenne appliquée sur la membrane 1,7 bar, débit de circulation 7,4 m<sup>3</sup>/h.

Le débit de perméat est stable durant l'opération de concentration du distillat, la vitesse de perméation est de 180 l/h m<sup>2</sup> et le facteur de concentration atteint 30 pour un volume d'effluent traité de 2 m<sup>3</sup>. Les conditions d'ultrafiltration permettent d'envisager un traitement industriel tout en diminuant les fréquences des nettoyages chimiques de la membrane.

L'ultrafiltration de phase aqueuse à faible teneur en hydrocarbures totaux (huile émulsionnée) a rendu possible l'analyse de la DCO de façon précise. Le perméat monophasique obtenu a fiabilisé la répétabilité de la mesure de DCO sur les échantillons. Dans le but d'obtenir des valeurs représentatives de DCO sur les distillats des évaporateurs, nous avons procédé à l'ultrafiltration de certaines phases aqueuses.



### En résumé

---

L'influence de la température sur la filtration des distillats nous indique qu'il est préférable de filtrer à température ambiante pour plusieurs raisons, d'une part, le rejet vers une station d'épuration est limité à 30°C [Arrêté du 2 février, 1998] et d'autre part, de très faibles quantités d'hydrocarbures passent au travers de la membrane (de l'ordre de 5 mg/l pour 80°C). Nous avons vu que le traitement de distillat d'évaporateur peut être conforme au rejet après ultrafiltration. Par contre suivant les additifs de la formulation, nous avons mesuré des DCO de 3000 mg/l (légèrement supérieures à la limite fixée par l'Arrêté à 2000 mg/l). Dans le cas où le perméat serait non conforme au rejet, il pourrait faire l'objet d'une réutilisation.

Les autres formulations des micro-émulsions, qui ont été testées sur le couplage des techniques, permettent d'atteindre la conformité des critères réglementaires sur le rejet vers le réseau collectif.

Le couplage des techniques d'évaporation et d'ultrafiltration semblerait être une solution intéressante pour le traitement des micro-émulsions.

---

### 6.3.2.2. Ultrafiltration et évaporateur

En plaçant la filtration en amont de l'évaporateur, nous souhaitons évaporer un perméat exempt d'huile, en vue de diminuer la résistance au transfert de chaleur et d'obtenir un facteur de concentration plus important sur l'évaporateur CMV que le traitement direct de l'effluent brut.

Dans un premier temps, nous allons décrire les conditions opératoires de filtration d'un effluent Condat Polybio 150 (fluide usé, cf. 5.1.3.). Dans un deuxième temps, nous effectuons un type d'essai en fonction de la concentration d'alimentation (2 et 5 %) à partir du fluide neuf.

Les conditions opératoires de l'ultrafiltration sur membrane minérale sont :

Température : 25°C

Pression sortie du module : 2 bars

Pression entrée du module : 3 bars

Pression moyenne appliquée sur la membrane : 2,5 bars

Débit de circulation : 8 m<sup>3</sup>/h

Nous avons recherché pour le fluide usé à fiabiliser le traitement et surtout la répétabilité de l'opération en évitant un colmatage et une polarisation de concentration de la membrane trop importante.

Le résultat est une vitesse de perméation de 78 à 58 l/h.m<sup>2</sup> pour atteindre un facteur de concentration volumique de 8 à cinq reprises, afin d'avoir un volume de 1080 litres de perméat. La membrane ne fait pas l'objet de lavage spécifique, mais ce sera une opération à établir lors d'un fonctionnement industriel.

Le perméat contient une forte DCO de l'ordre de 50 g/l mais exempt d'huile, d'hydrocarbures totaux et de bactéries.

Le traitement du perméat sur l'évaporateur donne un débit **Q** de 30 kg/h et un facteur de concentration FC de 12 sur trois cycles batch sous les conditions de 600 mbar et 86°C.

Le distillat a un aspect transparent, ce qui confirme une teneur en hydrocarbures totaux inférieure à 5 mg/l, une DCO de 4000 mg/l est présente. L'absence d'huile dans la phase aqueuse de l'évaporateur permet une mesure précise de la DCO.

Les résultats de l'effluent brut sur le pilote d'évaporation, en débit et facteur de concentration sont identiques à l'essai précédant (**Q** = 32 kg/h et FC = 11,7).

En comparant les résultats obtenus nous remarquons que le facteur de concentration de l'évaporateur n'a pas augmenté avec l'absence d'huile. Nous constatons que le débit et le facteur de concentration de l'évaporateur sont indépendants de la concentration en huile de l'effluent. La résistance au transfert de chaleur est probablement due aux composés « actifs », l'huile ne semble jouer qu'un rôle négligeable à l'issue de l'essai de couplage des techniques.

L'unité d'ultrafiltration avant le pilote d'évaporation montre la faisabilité de ce traitement mais la réduction de volume globale est faible (5). Les facteurs de concentration obtenus sont de valeurs moyennes (environ 10), le couplage des techniques dans cet ordre ne permet pas, pour ce type d'effluent, d'améliorer les facteurs de concentration.

Nous nous intéressons à l'influence de la concentration d'alimentation en vue de voir s'il est possible d'améliorer les facteurs de concentration individuels. Pour cet essai, nous allons suivre la vitesse de perméation  $V_p$  et le débit de distillat  $Q$  ainsi que les facteurs de concentration respectifs FCV en ultrafiltration et FC en évaporation. Enfin, nous effectuerons le suivi analytique particulier par rapport à la teneur en bore, au NTK et à la DCO.

Les résultats des techniques et les analyses des phases en fonction de la concentration en fluide neuf sont résumés dans le Tableau 34.

**Tableau 34 : Résultats sur l'influence de la concentration avec le couplage des techniques.**

Techniques	Concentré (%)	$V_p$ & $Q$ (l/hm <sup>2</sup> & kg/h)	FCV & FC	Teneur en bore (mg/l)	NTK (mg/l)	DCO (mg/l)
UF	2	50	8	220	360	20 000
CMV	2	28	30	-	90	2 000
UF	5	50	8	550	740	50 000
CMV	5	28	9	-	180	4 000

Le concentré dans le fluide de type micro-émulsion de départ est de 2 et 5 %.

La vitesse de perméation  $V_p$  est de 50 l/h.m<sup>2</sup> et le facteur de concentration volumique FCV est égal à 8. Nous constatons que, sous une pression de 2,5 bars appliquée sur la membrane, la faible valeur de la vitesse de perméation indique un colmatage rapide pour la concentration de 2 % et 5 %. La gamme de concentration utilisée n'influence pas une augmentation du débit de perméat.

Le procédé d'évaporation donne des débits  $Q$  de 28 kg/h et les facteurs de concentration FC sont de 30 pour 2 % et de 9 pour 5 %. Le facteur de concentration est dépendant de la concentration en concentré du fluide de coupe à traiter.

Des résultats d'analyses [Berguery, 1999] montrent que le bore passe à travers la membrane puisque l'alimentation du fluide de coupe est similaire (la membrane ne joue pas de rôle de rétention). La teneur en bore du perméat est de 220 mg/l et 550 mg/l.

La méthode d'analyse spectroscopique au réactif de Nessler de l'azote de Kjeldahl (NTK) permet d'obtenir la teneur de chaque phase (perméat et distillat). L'évaporateur a un rendement de séparation de 75 % sur l'alimentation, pour 360 et 740 mg/l de NTK, seulement 90 à 180 mg/l de NTK se retrouve dans la phase aqueuse.

La DCO des perméats est très forte et augmente avec la concentration de 20 000 mg/l à 50 000 mg/l. Les DCO des distillats sont de 2 000 et 4 000 mg/l. Aucune relation entre le NTK et la DCO n'est établie.

La quantification de la teneur en bore totale, dans le bouilleur de l'évaporateur en fin du cycle batch, est d'environ 5000 (FC = 9) à 6600 mg/l (FC = 30). La régularité des cycles batch obtenue pour ces essais (facteur de concentration, cf. Tableau 34), nous permet d'avancer le premier constat que la teneur en bore présente dans la formulation du fluide de coupe dirige le facteur de concentration.

### En résumé

---

Le couplage ultrafiltration et évaporation sur le traitement du fluide de type micro-émulsion permet d'obtenir une phase aqueuse exempte d'huile. L'aspect transparent et la limite de détection atteinte lors de l'analyse des hydrocarbures totaux sur le distillat confirment l'absence d'huile, quelle que soit la concentration initiale du fluide de coupe. Cela permet de franchir la première étape, jusque là jamais atteinte sur la quantité d'hydrocarbures totaux (inférieur à 10 mg/l), en vue d'autoriser le rejet. Le rejet est conforme pour le distillat issu de la concentration initiale à 2 %. Cependant, pour la concentration initiale à 5 %, les valeurs de NTK et de DCO sont supérieures à l'Arrêté du 2 février 1998. De plus, à concentration initiale identique le couplage ne permet pas d'obtenir un facteur de concentration plus élevé pour l'évaporateur. Par conséquent, pour le secteur industriel nous ne recommandons pas d'effectuer ce couplage. Nous reconnaissons qu'il apporte une information capitale sur le fonctionnement du procédé d'évaporation CMV, puisque le cycle batch se termine pour une quantité de 5000 à 6600 mg/l de l'élément bore. La teneur en bore dans ce cas précis où le perméat est exempt d'huile, permet de prédire le facteur de concentration. Nous gardons une réserve à ce sujet, puisqu'à l'issue des essais à concentration variable, nous avons obtenu une phase de gel sur les fluides de type micro-émulsion.

---

## 6.4. Amélioration des procédés

### 6.4.1. Technique

#### 6.4.1.1. Paramètres pour éviter la formation de gel

Nous allons présenter l'identification des paramètres potentiellement responsables à la formation de gel. Plus particulièrement, nous allons suivre les paramètres présents en fonction des divers procédés d'évaporation utilisés. L'objectif visé est d'éviter les paramètres responsable de la formation de gel durant l'opération de concentration par évaporation. Le dernier paragraphe propose d'utiliser les paramètres identifiés pour prédire les zones de gel.

En CMV, les résultats sur les micro-émulsions montrent l'apparition de gel pour de faibles concentrations d'alimentation inférieure à 5 %. Notamment pour les concentrations de 1 % et 2,5 % du fluide Condat Polybio 150, la formation de gel empêche de réaliser le cycle batch dans sa totalité. La réalisation du cycle aurait permis de doubler ou de quintupler le facteur de concentration d'après le résultat obtenu à 5 %. Par conséquent, la formation de la phase gel est influencée dans le procédé par la concentration d'alimentation et par le facteur de concentration.

Il est facile de vérifier que la formation de gel est très sensible à la température du procédé. Pour nous en convaincre, considérons l'exemple de la température d'ébullition en fonction des procédés d'évaporation. Les essais menés à 86°C (CMV) ou à 37°C (PAC) ne donnent pas les mêmes résultats : apparition d'un gel pour la CMV, pas de gel pour la PAC. Nous validons l'hypothèse que l'influence de la température du procédé fait évoluer le comportement des fluides de coupe par la formation d'un gel.

Il peut se produire, durant l'opération de concentration des micro-émulsions en CMV, la formation de gel. Ce qui rend l'évaporation de l'eau impossible sous les conditions opératoires. Ce gel reste stable à température ambiante et à pression atmosphérique.

Nous avons constaté, par un essai, qu'il est possible de poursuivre l'évaporation de l'eau avec le gel sous d'autres conditions opératoires que celles de la CMV. Nous avons introduit le gel dans le procédé PAC et nous avons observé l'évaporation de l'eau et la disparition de la phase gel.

A l'issue d'un essai sur le procédé PAC, nous nous sommes rendus compte que le régime d'écoulement généré peut favoriser la formation de gel pour une concentration donnée. Avec la pompe de circulation en fonctionnement et l'évaporateur à l'arrêt sous la pression atmosphérique, nous observons l'apparition de gel dans le bouilleur. Cependant, la phase gel se dissipe dès la mise sous vide de l'évaporateur. Nous sommes parvenus à distinguer, sur un essai ponctuel, l'influence de deux paramètres procédés, le régime d'écoulement et la pression. Il semble que la pression sous vide à 58 mbar de la PAC est favorable à dissiper ou à éviter la phase gel.

Le diagramme ternaire se construit à partir de la concentration des trois composants (eau - huile - émulseur) de la température ambiante et de la pression atmosphérique [Poré, 1976]. Ces trois paramètres varient dans nos évaporateurs. En particulier, la concentration dépend dans l'évaporateur de la concentration d'alimentation en fluide de coupe et du facteur de concentration. La pression de service de nos évaporateurs est liée à la température d'ébullition. La plage de fonctionnement des différents évaporateurs se situe pour la pression de 600 à 58 mbar et pour la température d'ébullition de 86 à 37 °C. Il est difficile d'avoir les conditions exactes de température et de pression décrites par le diagramme ternaire pour un évaporateur, puisque plus la pression diminue (sous vide) plus la température diminue (vers la température ambiante).

Dans l'objet de compléter les travaux réalisés, nous proposons l'ouverture vers un modèle de simulation. La simulation pourrait prédire chaque cas de figure où il se produit une instabilité. Les paramètres identifiés tels que la température, la pression, la concentration des composés et le régime d'écoulement sont susceptibles d'être simulés dans l'objectif de prédire et délimiter les zones de formation de gel spécifique aux fluides de type micro-émulsions. Les diagrammes ternaires actuels sont une base de connaissance qui mériterait d'être complétée sur l'influence de deux paramètres comme la température et la pression. Il serait intéressant de combiner les savoir faire respectifs entre fournisseurs de lubrifiants et constructeurs d'appareillages, pour approfondir la connaissance de la stabilité des micro-émulsions en fonction de la pression. Il pourrait exister une pression sous vide ou une gamme de pression à laquelle peu de fluides de coupe risquent de former un gel lors de l'opération de concentration par évaporation de l'eau. Ce type d'information permettrait probablement à la majorité des fluides de coupe d'être traités, soit en utilisant les technologies d'évaporation existantes, soit en réalisant une modification de la pression de service.

### En résumé

---

Un diagramme ternaire peut donc être utilisé pour visualiser les différentes phases d'un fluide de type micro-émulsion (gel, isotrope huileux, lisse, médiane, isotrope aqueux) et en particulier, la zone de meilleure stabilité. L'étude des diagrammes montre l'existence d'une zone de gel, fonction de la proportion des trois composants (eau - huile - émulateur). Lors de l'évaporation, le point représentatif de l'émulsion de départ se déplace dans le diagramme (appauvrissement en eau) et peut se retrouver dans la zone de gel. C'est ce qui s'est produit dans quelques essais sur les fluides neufs ou usés, l'évaporation étant alors impossible. La prévision de la formation d'un tel gel ne nous a pas été possible, en effet, les diagrammes ternaires sont décrits dans la littérature à la température ambiante mais pas à températures plus élevées. Comme la température doit avoir une influence notable sur la position de la zone de gel, nous préconisons pour la température du procédé, une ébullition à basse température comme le procédé PAC. Les diagrammes ternaires, que pourraient fournir les fournisseurs de lubrifiants, seront un support d'information quant aux conditions opératoires à éviter. En pratique, les techniques d'évaporation, pour être utilisées industriellement, nécessitent des essais préalables notamment pour évaluer l'apparition éventuelle de gel.

---

#### 6.4.1.2. Augmentation du refroidissement pour la CMV

Le but est d'obtenir les meilleurs facteurs de concentration et débit possibles sur le VacuDest, pour un fluide donné, en augmentant le refroidissement de la réserve de distillat.

L'appareil est protégé par des tôles métalliques qu'il est possible d'enlever (les capots verticaux de chaque côté) afin d'augmenter le refroidissement et d'en appréhender l'impact sur les résultats.

Nous allons réaliser les essais sous les mêmes conditions opératoires excepté l'isolation thermique (essai 9- fonctionnement standard, essai 10- option sans les capots).



Les conditions opératoires identiques sont : la température de vidange fixée à 90°C, la température compresseur à 120°C, la charge de liquide de 22 kg et la vitesse du moteur 4000 tr/min. Le fluide choisi, afin de mener l'expérimentation, est le fluide de type micro-émulsion Elf, fluide usé de la société NFM. Les résultats antérieurs obtenus pour le fluide neuf ont été décrits en 5.2.3.1 (facteur de concentration de 5 - débit de 29 kg/h). Nous allons vérifier s'il est possible de concentrer davantage le fluide usé en refroidissant la réserve de distillat. Le Tableau 35 décrit les résultats de l'appareil en fonction des différentes configurations.

**Tableau 35 : Augmentation du refroidissement.**

<b>Essais</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
Température du compartiment (°C)	70	45
Durée du cycle de concentration (h :min)	3 :20	5 :30
Quantité d'effluent traité (kg)	120	188
Distillat débit moyen <b>Q</b> (kg/h)	30	30
Facteur de concentration	5,4	8,5
Phase organique sur le résidu (%)	19	30
<b>Q</b> début de cycle (kg/h)	32	35
<b>Q</b> fin de cycle (kg/h)	28	24

A la température ambiante de laboratoire de 21,5°C, pour la configuration standard capots fermés, la température intérieure de compartiment est de 70°C, tandis que capots enlevés, elle est de 45°C. L'enlèvement des capots correspond à une diminution de la température, donc à un refroidissement du compartiment par le milieu ambiant.

Cette action va augmenter les pertes thermiques de la réserve de distillat, en vue de ralentir sa montée en température (vers la température de consigne) et permettre d'allonger ainsi la durée du cycle de concentration.

La durée du cycle de concentration passe de 3 h 20 (essai 9) à 5 h 30 (essai 10), car la réserve de distillat cède de la chaleur au milieu ambiant et la température augmente plus lentement.

La concentration de l'effluent dans l'essai 9 donne les valeurs suivantes : une quantité de 120 kg d'effluent traité, au débit de 30 kg/h, un facteur de concentration voisin de 5 et une teneur en phase organique dans le résidu de 19 % (il reste environ 80 % d'eau). La phase organique est mesurée par la méthode de la coupure acide ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  36 M et durant 24 heures à l'étuve, 60°C) [IP 137, 1981].

Les résultats de concentration de l'essai 10 sont : une quantité de 188 kg traitée, au débit moyen de 30 kg/h, un facteur de concentration de 8,5 et une teneur en phase organique de 30 %.

Les performances en termes de concentration ont augmenté, la quantité traitée passe 120 à 188 kg, le facteur de concentration augmente de 5 à 8,5, grâce au refroidissement de la réserve de distillat par perte thermique.

Nous allons nous intéresser en détail au débit de distillat pendant la concentration de l'effluent. Dans l'essai 9, le débit de distillat en début de cycle est de 32 kg/h et diminue pendant la concentration pour atteindre 28 kg/h en fin de cycle. Dans l'essai 10, le débit de distillat en début de cycle est de 35 kg/h et en fin de cycle, il a diminué jusqu'à 24 kg/h. Lorsque l'effluent se concentre, le débit diminue, comme nous l'avons déjà remarqué.

En comparant les essais, le débit de début de cycle est plus important, dans le cas où l'évaporateur est sans capots.

La variation de débit augmente d'amplitude avec le refroidissement, elle passe de 4 kg/h (essai 9) à 11 kg/h (essai 10).

La teneur en phase organique des résidus de micro-émulsion, pour un fonctionnement standard, est de 19 % (essai 9), tandis qu'avec la présence d'un refroidissement de la réserve de distillat, la valeur augmente jusqu'à 30 %. Ces mesures ont été complétées par la teneur en eau faite sur les résidus par la méthode de distillation à pression atmosphérique du mélange non miscible eau-xylène [AFNOR NF T60-113, 1986]. Les valeurs obtenues pour le résidu sont 80 % d'eau et 70 % dans l'autre cas. Les deux méthodes se complètent et les résultats conservent l'ordre de grandeur.

Le fonctionnement de l'évaporateur sans les capots est une solution temporaire dans la version industrielle, il faudra s'orienter vers un ventilateur ou un échangeur à eau.

### En résumé

---

Le refroidissement de la réserve de distillat nous offre une faible amélioration du facteur de concentration, ce qui peut être intéressant industriellement et permettre d'accepter la variation de la concentration d'alimentation de l'effluent dans une gamme légèrement plus large.

---

#### 6.4.1.3. Paramètre pour éviter la densité de flux critique

Dans ce paragraphe, nous allons tenter de prédire l'incident de service (passage du tube au rouge) par le calcul de la densité de flux critique pour le TPC et voir l'action technique qui permet de sécuriser le système.

Le calcul de la densité de flux critique est délicat, compte tenu des incertitudes sur la connaissance des propriétés physiques de l'émulsion qui, en plus, varie au cours du processus de concentration.

Les calculs sont réalisés à partir de la corrélation de Bowring (1972) (spécifique à l'eau), corrigée par la règle de similitude d'Ahmad (1973), de la corrélation de Katto et Ohne (1984) et de la corrélation de Shah (1987) [Greth, 1997].

Ces corrélations sont rassemblées dans le Manuel Technique du Greth [Greth, 1997] et les calculs ont été réalisés à partir de sa version informatisée.

Toutes ces corrélations sont utilisables dans un domaine particulier des valeurs des paramètres. Au mieux, elles sont données à 20 % près.

La corrélation de Bowring, corrigée par Ahmad n'est valable qu'à partir de 2 bars. L'expérience montre que les extrapolations conduisent à des erreurs qui augmentent très rapidement à mesure qu'on s'éloigne du domaine de validité des corrélations. Pour les valeurs suivantes de 2 bars en pression et de  $3 \cdot 10^{-2}$  N/m en tension superficielle, le Tableau 36 affiche les densités de flux critiques.

Tableau 36 : Calculs de la densité de flux – corrélations de Bowring et Shah

Corrélations	Bowring + Ahmad	Shah
Densité de flux critique (MW/m <sup>2</sup> )	0,66	0,70

Dans le domaine de validité commun à Bowring et Shah, on constate que les résultats sur la densité de flux critique sont équivalents à 5 % près (0,70 MW/m<sup>2</sup> pour la corrélation de Shah). On n'utilisera donc pas la corrélation de Bowring. La valeur de la puissance critique est ramenée à la surface du tube et vaut 86 kW.

Les valeurs des paramètres des essais correspondent à peu près au domaine de validité de la corrélation Shah (la pression réduite est un peu en dessous du minimum conseillé soit  $9 \cdot 10^{-4}$  au lieu de  $14 \cdot 10^{-4}$  pour un domaine allant jusqu'à 0,96). Le calcul de la pression réduite est le rapport de la pression à la pression critique du fluide. Pour Katto, c'est le critère de rapport des masses volumiques de la vapeur et du liquide qui n'est pas tout à fait respecté ( $1,3 \cdot 10^{-4}$  au lieu de  $3 \cdot 10^{-4}$  pour un domaine qui va jusqu'à 0,41).

Shah, ne prenant pas en compte l'effet de tension superficielle qu'on apporte par l'ajout d'anti-mousse, on corrigera les résultats obtenus par Shah avec l'effet de tension superficielle déterminé par Katto.

Les résultats sont donnés dans le Tableau 37 qui donne à la fois l'effet de pression (et de température de saturation) et de tension superficielle  $\sigma$  dans les corrélations de Katto et de Shah. Le paramètre vitesse massique entré pour le calcul est constant et égal à 250 kg/m<sup>2</sup>.s.

Tableau 37 : Calculs de densité de flux et de puissance – corrélations de Katto et Shah

Pression (bar)	Tsat (°C)	$\sigma$ (N/m)	Densité de flux critique (MW/m <sup>2</sup> )	Puissance critique (kW)
0.2	60	$6.6 \cdot 10^{-2}$ (eau)	1.15 (Katto) 0.66 (Shah)	140 (Katto) 80 (Shah)
1.0	100	$5.9 \cdot 10^{-2}$ (eau)	1.27 (Katto) 0.69 (Shah)	155 (Katto) 85 (Shah)
0.2	60	$3 \cdot 10^{-2}$ (antimousse)	0.88 (Katto) 0.66 (Shah)	108 (Katto) 80 (Shah)
1.0	100	$3 \cdot 10^{-2}$ (antimousse)	1.03 (Katto) 0.69 (Shah)	125 (Katto) 85 (Shah)

Le choix des valeurs de tension superficielle provient des tables pour l'eau [Cengel, 1998]. On notera que l'anti-mousse a été ajouté dans le circuit et que ce phénomène a certainement eu un effet négatif (passage du tronçon au rouge).

Pour l'eau sous une pression de 0,2 bar et une tension superficielle de  $\sigma 6,6 \cdot 10^{-2}$  N/m les conditions offrent une densité de flux de 1,15 MW/m<sup>2</sup> pour Katto et 0,66 MW/m<sup>2</sup> pour Shah, la puissance critique est respectivement de 140 kW et 80 kW. Un certain écart existe entre la puissance appliquée au tube 20 kW et la valeur obtenue par les corrélations.

A 1 bar et  $5,8 \cdot 10^{-2}$  N/m, les valeurs de puissances ne varient que de quelques pour cent, 10 %.

Cependant, avec une tension superficielle faible prise à  $3 \cdot 10^{-2}$  N/m, due à la présence d'un agent anti-mousse, pour une même pression la valeur de densité de flux critique de Katto diminue de 1,15 à 0,88 MW/m<sup>2</sup> (pour 0,2 bar) et de 1,27 à 1,03 MW/m<sup>2</sup> (pour 1 bar). Notons que Shah, à pression constante, est insensible à une variation du simple au double de la tension superficielle, la densité de flux critique vaut 0,66 MW/m<sup>2</sup> (pour 0,2 bar) et 0,69 MW/m<sup>2</sup> (pour 1 bar). Ces valeurs confirment, en effet, que la corrélation est invariable à la tension superficielle.

L'effet de pression entre 1 et 0,2 bar n'est pas très marqué. On notera cependant, que la densité de flux critique et la puissance critique appliquées au tube diminuent avec la pression.

On en conclut que pour une pression de 0,2 bar, l'effet de tension superficielle réduit la densité de flux critique de l'ordre de 20 % sur la corrélation de Katto. La valeur déterminée par Shah, après correction, vaut alors 0,5 MW/m<sup>2</sup> soit 60 kW.

Un facteur de 3 est présent entre la puissance imposée au TPC et la puissance critique calculée.

Compte tenu des propriétés physiques réelles de l'additif anti-mousse et de son influence sur le comportement en cours d'évaporation et si on intègre les incertitudes liées aux corrélations, les conditions de fonctionnement (à 0,2 bar et 300 l/h en débit d'alimentation du TPC) amènent la puissance appliquée (20 kW) trop près de la puissance critique, ce qui explique le passage au rouge d'un tronçon du TPC lors des essais.

#### Remarque

Malgré la présence d'anti-mousse, il est connu que dans certaines conditions, en particulier de concentration et de pression et en régime d'ébullition, une mousse plus ou moins importante peut apparaître. Son effet est de diminuer la masse volumique apparente de la phase liquide, ce qui va dans le sens d'un abaissement brutal de la densité de flux critique. Un passage de 1000 à 500 kg/m<sup>3</sup> abaisse la densité de flux critique de 10 %.

Ce phénomène peut avoir une seconde conséquence. Le flux critique peut en effet apparaître beaucoup plus tôt que prévu par les corrélations précédentes par phénomène d'assèchement de paroi. Cette possibilité est d'autant plus à craindre que le produit a tendance à mousser.

Une corrélation, permettant de déterminer la densité de flux critique associée à ce phénomène, a été proposée par Baek, Moon et Chang (1995) ; on notera qu'en toute rigueur, cette corrélation n'est valide qu'à partir de 1 bar en pression et jusqu'à la vitesse massique de 230 kg/m<sup>2</sup>.s. La précision annoncée est de l'ordre de 20 %. Bien que développé pour l'eau, le modèle a l'avantage de prendre en compte à la fois les effets de pression, de débit et de tension superficielle. Les résultats sont présentés dans le Tableau 38 pour les différents régimes de fonctionnement.

Tableau 38 : Calculs de densité de flux et de puissance – corrélation Chang

Pression (bar)	Tsat (°C)	$\sigma$ (N/m)	Débit -Vitesse massique (l/h & kg/m <sup>2</sup> .s)	Densité de flux critique (MW/m <sup>2</sup> )	Puissance critique (kW)
0.2	60	$7 \cdot 10^{-2}$	300 - 250	0.42	50
0.2	60	$3 \cdot 10^{-2}$	300 - 250	0.25	31
0.5	81	$3 \cdot 10^{-2}$	300 - 250	0.38	47
0.5	81	$3 \cdot 10^{-2}$	400 - 335	0.39	48
1.0	100	$3 \cdot 10^{-2}$	400 - 335	0.54	66

Sous les conditions de 0,2 bar et 300 l/h, la valeur de référence pour l'eau donne par le calcul une densité de 0,42 MW/m<sup>2</sup> et une puissance de 50 kW. Lorsque la tension superficielle diminue (de  $7 \cdot 10^{-2}$  à  $3 \cdot 10^{-2}$  N/m), la valeur de la densité de flux critique calculée par Chang diminue (de 0,42 à 0,25 MW/m<sup>2</sup>) et la puissance critique diminue (de 50 à 31 kW).

Il en ressort qu'à 0,2 bar et 300 l/h, le risque de flux critique par assèchement de paroi, induit par des effets de moussage, est très important pour un fluide à faible tension superficielle, puisqu'on trouve 0,25 MW/m<sup>2</sup> et 31 kW et que la puissance imposée au TPC est de 20 kW. Les problèmes rencontrés sont donc très vraisemblablement dus à ce phénomène. L'effet du passage de la pression de 0,2 à 0,5 bar permet de remonter la densité de flux critique et la puissance correspondante à 0.38 MW/m<sup>2</sup> et 47 kW. L'effet de débit de 300 à 400 l/h (on calcule la vitesse massique ramenée à la section de passage de 250 à 335 kg/m<sup>2</sup>.s) est quasiment négligeable sur la densité de flux critique et la puissance critique (2 %). Pour la pression de 1 bar, la marge de sécurité devient très confortable : puissance critique de 66 kW pour 20 kW appliqués.

#### Effet du diamètre

La densité de flux critique dépend du diamètre du tube. Un calcul pour un diamètre double de celui utilisé (41 mm au lieu de 20,54), pour une pression de 0,2 bar et un débit de 300 l/h (vitesse divisée par 4) donne une densité de flux critique par assèchement et une puissance thermique associée de 0,2 MW (au lieu de 0,25) et 49 kW (au lieu de 31). L'augmentation du diamètre sécurise notablement le point de fonctionnement du TPC pour autoriser une évaporation à basse pression.

## En résumé

---

La corrélation de Shah est bien adaptée au TPC du fait qu'elle reste valide à petites vitesses massiques et faible pression, sans la prise en compte de la tension superficielle.

Les conditions pour lesquelles le tube a surchauffé et a viré au rouge sont 300 kg/h, 0,2 bar et 20 kW. Les calculs précédents montrent, compte tenu des différentes incertitudes décrites, que ces conditions correspondent à l'ordre de grandeur de la densité de flux critique, phénomène aggravé par l'assèchement local du tube suite au moussage, d'où les problèmes rencontrés.

Le fonctionnement avec seulement de l'eau n'avait pas posé de problème, y compris pour une puissance à 30 kW, car les propriétés physiques telles que la tension superficielle et la masse volumique restaient compatibles avec des densités de flux critique suffisamment éloignées de 30 kW.

Pour cette raison, on a porté le débit de circulation à 400 kg/h et la pression à 0,5, puis 1 bar dans les essais qui ont suivi. En appliquant le même raisonnement de calcul, la densité de flux critique est portée à 0,65 MW/m<sup>2</sup> et la puissance associée à 80 kW ( $\sigma = 6,6 \cdot 10^{-2}$  N/m). La densité de flux d'assèchement et la puissance thermique remontent jusqu'à 0,64 MW/m<sup>2</sup> et 66 kW ( $\sigma = 3 \cdot 10^{-2}$  N/m). La marge de sécurité supplémentaire apportée en augmentant la pression de 0,2 à 0,5 bar (plus de 30 % sur la puissance critique) a été suffisante pour fiabiliser le fonctionnement.

Compte tenu du comportement physique du fluide traité, l'utilisation du modèle de détermination de flux par assèchement semble être la meilleure solution pour déterminer les caractéristiques du point de fonctionnement à adopter. C'est en effet ce modèle qui prédit le mieux les conditions de puissance à ne pas dépasser sur l'installation TPC.

L'optimisation du diamètre du tube permet d'augmenter la puissance critique applicable au tube et autorise un fonctionnement à basse pression. Par exemple pour le diamètre de 41 mm, il sera possible de



fonctionner sans assèchement de paroi sous la pression de 0,2 bar et la puissance thermique appliquée de 20 kW.

---

#### 6.4.1.4. Estimation du facteur de concentration

Nous allons tenter de prédire le facteur de concentration des procédés en fonction de l'alimentation en fluide de coupe. Nous sommes amenés à penser que la teneur en huile, la teneur en bore et la teneur en eau participent activement au facteur de concentration des techniques. Nous allons passer en revue les résultats des facteurs de concentration sur la CMV et la PAC en fonction de l'alimentation en fluide de coupe.

En premier lieu, nous étudions le critère de la coupure acide sur les émulsions pour tenter d'évaluer les résultats de concentration du procédé CMV. Nous avons mesuré le volume de la phase organique (huile et émulateur) par coupure acide de la micro-émulsion, sur l'alimentation et le résidu obtenu en fin de concentration. Le volume correspond à une prise d'essai de 100 ml, ce qui permet d'obtenir la teneur de la phase organique exprimée en pourcentage. Le mécanisme de coupure acide effectue la séparation de phase entre l'eau et l'huile [IP 137, 1981].

Les performances de concentration des micro-émulsions sont données dans le Tableau 39.

**Tableau 39 : Comparaison du facteur de concentration et du rapport de la phase organique.**

<b>Fluides</b>	<b>Elf 5 %</b>	<b>Condat 5 %</b>
Teneur phase organique Alimentation	3,5 %	2 %
Teneur phase organique Résidu	19 %	22 %
Rapport phase organique	5,4	11
Facteur de concentration (Vacudest)	5,4	11

La valeur lue et comparée sur la fiole Dargatz (volume la phase organique), entre l'alimentation et la sortie résidu, nous permet de calculer un rapport selon

l'Équation 32, qui concorde exactement pour les essais réalisés avec la valeur calculée du facteur de concentration obtenu sur le Vacudest (selon Équation 24).

$$\text{Rapport phase organique} = \frac{\text{Teneur résidu}}{\text{Teneur alimentation}}$$

**Équation 32 : Rapport phase organique.**

Le fluide Elf à 5% de concentré donne, par la méthode de la coupure acide, une teneur en phase organique de 3,5 % pour l'alimentation et 19 % pour le résidu d'évaporation. Le rapport de la phase organique calculé est de 5,4, identique au calcul du facteur de concentration. L'expérience est similaire pour le fluide Condat à 5 %.

Cependant, ce critère n'est pas absolu, car la coupure peut être partielle (suivant la formulation de fluides de coupe). Cette phase organique est mesurée sur le fluide exempt d'huiles étrangères.

Ce critère nous a permis d'évaluer les possibilités de concentration des émulsions à partir des conditions retenues sur le résidu, qui se concentre de l'ordre de 19 % à 22 % en volume de phase organique. Nous effectuons une mesure de la teneur en eau sur le résidu dans le but de valider la concordance de la phase organique mesurée à partir de la coupure acide. La mesure du volume d'eau contenu dans le résidu, par la méthode de distillation azéotropique [AFNOR NF T60-113, 1986] eau-xylène, donne 80 % pour les deux fluides (ce qui concorde avec 20 % de phase organique). Les résultats antérieurs et les mesures de la concentration de départ en phase organique pour les fluides donnent la possibilité de prédire le facteur de concentration en CMV (FC=11 pour le fluide Condat à 2 % en phase organique).

Pour le même fluide Elf, à 5 % de concentré, le procédé PAC indique des facteurs de concentration importants (FC=5, 10, 20), les teneurs en eau correspondantes diminuent progressivement (80, 60 et 20 %), la valeur de rapport de phase organique déduite est de 4 %. Par contre, la mesure de la teneur de la phase organique précédente est de 3,5 %, nous prendrons la valeur de 4 % pour la suite du calcul.

En second lieu, nous allons vérifier s'il est possible de prédire le facteur de concentration, grâce aux informations obtenues par les essais expérimentaux sur les diverses techniques CMV et PAC. Il est nécessaire de caractériser l'effluent par la teneur en huile et la teneur en bore, ces informations sont disponibles au Tableau 11. Il est toujours possible de contrôler la teneur en eau du résidu.

Pour estimer le facteur de concentration, nous observerons les quantités présentes en bore et en phase organique, dans les bouilleurs respectifs de la CMV et la PAC. Nous présentons le Tableau 40 qui récapitule les résultats des facteurs de concentration, mesurés en fonction des caractéristiques du résidu et du fluide de coupe. A partir des valeurs d'alimentation, nous calculerons les teneurs dans le bouilleur. Nous indiquerons la teneur en eau du résidu.

**Tableau 40 : Estimation du facteur de concentration.**

<b>Procédé CMV</b>				
<b>Fluide (% en concentré)</b>	<b>FC mesuré</b>	<b>Teneur bore (mg/l) calculée</b>	<b>Teneur phase organique calculée (%)</b>	<b>Teneur eau mesurée (%)</b>
Condat Polybio 2 %	30	6600	Exempt d'huile	80
Condat Polybio 5 %	9	6600	Exempt d'huile	80
Elf 5 %	5	2500	20	80
Condat Polybio 150 5 %	12	6720	24	80
Elf 5 %	8,5	4250	34	70
<b>Procédé PAC</b>				
<b>Fluide (% en concentré)</b>	<b>FC mesuré</b>	<b>Teneur bore (mg/l) calculée</b>	<b>Teneur phase organique calculée (%)</b>	<b>Teneur eau mesurée (%)</b>
Elf 5 %	5	2500	20	80
	10	5000	40	60
	15	7500	60	40
	20	10000	80	20
Condat Polybio150 5 %	10	5600	20	80
	20	11200	40	60
	30	16800	60	40
Elf 10 %	5	5000	40	60
	10	10000	80	20

Généralement, les résultats dépendent de la formulation intrinsèque des fluides. A l'aide des informations contenues dans le Tableau 40, nous allons tirer les grandes lignes. Pour le bouilleur CMV, le meilleur résultat nous indique les valeurs suivantes : environ 6600 mg/l bore et 80 % d'eau. Ce cas est exempt d'huile par l'application de l'ultrafiltration en amont. Sinon, de façon logique, quand la teneur en huile augmente de 2 à 4 %, la valeur en bore diminue d'un facteur de 2 (de 6600 à 2500 mg/l). Pour la PAC à la teneur en eau de 40 %, la teneur en bore double de 7500 à 16800 mg/l quand la teneur en huile diminue de 4 à 2 %.

Dans la mesure où les valeurs s'inscrivent dans les valeurs mesurées précédemment, nous ferons le choix du facteur de concentration qui convient. Par exemple, pour le procédé PAC, nous estimerons le facteur de concentration à partir de la valeur du bouilleur en bore, environ 5000 ou 6000 mg/l, que nous diviserons par la valeur de l'alimentation mesurée sur l'effluent. Nous aurions aussi la possibilité de calculer le facteur de concentration par la teneur en phase organique du résidu, comprise entre 20 et 40 %.

Les calculs permettent de prédire le facteur de concentration, sauf dans le cas de la formation de gel, comme pour le procédé CMV. La PAC est le procédé le mieux adapté sur les fluides de coupe testés, pour prédire le facteur de concentration. Il est possible de généraliser le domaine et dire que l'importance de la teneur en huile s'affirme après 2 %, elle peut même devenir pénalisante pour le facteur de concentration.

A partir du moment où il est possible d'effectuer une teneur en bore et une teneur en phase organique sur l'effluent, nous sommes en mesure de prédire le facteur de concentration sur les machines. A priori, si nous avons une teneur en huile de 16 % et une teneur bore 500 mg/l en alimentation, nous estimerons le facteur de concentration à partir de la teneur en huile que nous avons déjà obtenue. Il nous sera difficile de le traiter en CMV puisque la teneur en huile du bouilleur ne dépasse pas 20 %. Par contre, pour le procédé PAC, le bouilleur peut atteindre des valeurs de 60 ou 80 %, le facteur de concentration est estimé à 4 ou 5. Sous ces conditions, le débit de production sera faible et la consommation spécifique élevée mais la rentabilité du projet sera réalisée puisque la VAN calculée est positive. Nous reconnaissons que ces conditions de fonctionnement sont extrêmes et nous recommandons d'effectuer un essai de faisabilité, en vue de vérifier le facteur de concentration et la compatibilité de traitement.

D'après les résultats du Tableau 40, la mesure de la teneur en eau est un indicateur important ; il met en avant les limites atteintes suivant les techniques sur le fluide de type micro-émulsion : 80 % (CMV) et 40 ou 20 % (PAC).

### 6.4.2. Économique – Optimisation des coûts

L'optimisation des coûts économiques de fonctionnement sert de bras de levier pour l'amélioration du procédé. Nous développerons les exemples économiques suivants, en vue de diminuer le coût de maintenance sur la CMV et le coût énergétique sur la PAC, propre aux procédés utilisés.

#### 6.4.2.1. Diminution de l'encrassement au tartre pour la CMV

En premier lieu, nous allons montrer l'impact de l'encrassement sur la valeur de la VAN pour un cas industriel. En deuxième lieu, nous allons proposer une solution d'ordre technique et regarder son impact sur les critères financiers.

Nous reprenons les résultats de la section 5.2.4.2. spécifique à l'encrassement du Vacudest. D'après Reynaud [Reynaud, 1984], le coefficient d'encrassement  $\mathbf{R}$ , acceptable pour l'eau de ville, est compris entre  $1,7 \cdot 10^{-4}$  et  $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W}$ . Dans le cas calculé, les valeurs de  $\mathbf{R}$  obtenues sur le faisceau vertical, sont dans l'ordre de grandeur. Par contre, les performances techniques offrent seulement un débit de distillat de 20 kg/h, une consommation spécifique de 200 kWh/tee et un facteur de concentration de 8 sur la majorité des cycles. L'évaluation économique des critères financiers, en fonction d'un volume d'effluent de 160 m<sup>3</sup>/an (limité par le débit) et d'un coût d'élimination de 152,45 €/m<sup>3</sup>, apporte une VAN de 21,80 k€ et un DRI de 3,6 ans.

Pour le traitement d'un effluent, sur le procédé CMV, l'impact de l'encrassement avec  $\mathbf{R}$  égale à  $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W}$  nous indique une diminution globale des performances techniques qui se répercute sur la valeur de la VAN (diminution de 50 %). Nous rappelons que les valeurs obtenues, pour le cas général d'un traitement de 200 m<sup>3</sup>/an donnent une VAN de 43,34 k€ et un DRI de 2,7 ans. La VAN nous informe qu'il est possible de générer un gain de 21,34 k€ supplémentaire sur le projet en élaborant une solution technique pour diminuer l'encrassement au tartre.

Du point de vue économique, la diminution des coûts pour le procédé CMV étudié est réalisable par la diminution spécifique des coûts de maintenance. L'expérimentation nous a montré la présence d'un encrassement important dû au tartre, sous forme de croûte, à la surface de l'échangeur de chaleur. Nous confirmons aussi ce résultat à l'aide du calcul de la vitesse de dépôt. Sachant que, pour une basse température d'ébullition, la cinétique d'entartrage diminue, nous proposons de diminuer la pression de service, dans le but de minimiser le coût de maintenance. Le procédé Vacudest peut faire l'objet d'un montage spécifique pour diminuer la pression, soit par ajout d'un  $\Delta P$  supplémentaire par la mise en place d'une pompe de circulation pour le distillat en sortie du condenseur ou l'implantation d'un compresseur à plus forte  $\Delta P$ . Nous avons déjà l'exemple d'un évaporateur basse température PAC (36°C). Pour les coûts d'exploitation, le coût de maintenance pourrait diminuer de 4,57 k€ à 0,76 k€. Nous allons suivre les critères financiers de rentabilité (VAN) et de risque (DRI). Avec un coût de maintenance à 0,76 k€, le calcul donne une VAN de 56,10 k€ et un DRI de 2,35 ans. Nous obtenons un gain de 12,80 k€ sur l'horizon de projet de 7 ans et le DRI a diminué de 13 %. Nous reconnaissons qu'il est ainsi possible de diminuer le coût de fonctionnement de 9,24 k€ à 5,48 k€ pour le procédé CMV.

L'impact de l'encrassement sur le critère financier engendre une économie de la VAN du projet de l'ordre de 15,24 k€, qui justifie aisément d'investir dans la modification du procédé ou l'achat d'un nouveau compresseur. Les travaux et la connaissance développés sur le fonctionnement du procédé pour les fluides de coupe ont permis de jouer le rôle de bras de levier économique pour améliorer le procédé existant.

#### 6.4.2.2. Diminution de la consommation spécifique pour la PAC

La diminution des coûts, pour le procédé PAC, étudié est réalisable par la diminution des coûts d'énergie. L'expérience a montré que le critère consommation spécifique sur ce procédé est de 308 kWh/tt. Nous cherchons à le faire diminuer vers la valeur de 100 kWh/tt par l'augmentation de la surface d'échange, grâce à l'implantation d'un échangeur de chaleur de taille plus importante (cf. Équation 14). Le débit de production va augmenter et par conséquent le critère de consommation spécifique va diminuer suivant l'Équation 25.

Nous rappelons les résultats obtenus qui sont une VAN de 42,42 k€ et un DRI 2,7 ans. Pour 100 kWh/tt, le coût énergétique vaut 1,21 k€, nous obtenons alors une VAN de 53,81 k€ et un DRI 2,5 ans. Nous réalisons ainsi un gain de 8,38 k€ sur la VAN, le coût de fonctionnement vient de diminuer de 7,47 k€ à 5,03 k€ pour le procédé PAC. Le gain sur le projet de l'ordre 7,62 k€ ouvre les possibilités suivantes : soit d'augmenter la surface d'échange comme nous l'avons énoncé précédemment, soit d'améliorer l'échange thermique par un nouveau fluide caloporteur comme les fluides frigorigènes de substitution [Protocole de Montréal, 1987]. L'évaluation des fluides frigorigènes de substitution [Boiarski, 1996], sur la boucle du fluide caloporteur du procédé PAC, consentirait à l'obtention d'économie d'énergie sur les différentes composantes du système. Par exemple, les travaux de Ouazia [Ouzia, 1996] portent sur l'analyse de performance du R-134a dans un échangeur à plaques. Le frigorigène R-22 est actuellement remplacé par le R-134a sur les circuits de Pompe À Chaleur.

Le changement du fluide caloporteur, conforme à la protection de la couche d'ozone, permet d'obtenir un évaporateur à faible coût d'exploitation.

En résumé

---

L'obtention d'économie d'énergie, pour le procédé PAC, passe par le dimensionnement de l'équipement et/ou l'utilisation d'un fluide caloporteur de substitution, respectueux de la couche d'ozone. L'implication du volet économique sur le projet offre la possibilité de débloquer une somme d'argent pour stimuler la recherche scientifique et appliquer les dernières avancées du domaine. De plus, la diminution de la consommation spécifique minimisera le coût d'exploitation. Nous mettons en relief que l'économie est un bras de levier pour améliorer les techniques existantes tout en respectant la protection de l'environnement.

---

## 6.5. Perspectives

### 6.5.1. Rentabilité

Une des perspectives est le regroupement géographique des petits volumes qui permettrait d'atteindre une rentabilité économique. La courbe de DRI (Figure 56 : DRI en fonction de la capacité de traitement.) est une base de connaissances du contexte de traitement, tant au niveau d'une entité entreprise que d'un groupe collectif.

Le DRI devient un indicateur de décision politique, par exemple si l'intérêt est de minimiser les volumes de déchets transportés, il faut donc traiter sur place (en interne). Alors, il est possible de subventionner le traitement individuel (faible quantité) ou de proposer une politique de groupement en plate-forme.

L'objectif est d'augmenter le volume, sachant que la rentabilité individuelle est impossible pour de faibles volumes.

Au coût d'élimination de 152,45 €, dans l'exemple de la Figure 56, la mise en œuvre d'un plan collectif permettrait de passer d'un DRI de 5 ans pour 100 m<sup>3</sup> à un DRI de 1,5 an pour 600 m<sup>3</sup> qui devient une solution économiquement rentable.

Les primes individuelles et subventions de plate-forme sont deux actions d'incitation au changement des comportements et favorisent l'adoption d'une maîtrise des flux polluants.

Cette étude est une trame de compréhension du système technico-économique pour une collectivité locale, une région,... Cette base reste utilisable avec des possibilités de modifier les entrées. C'est une méthode disponible aux politiques qui sont auteurs de subventions et d'un sens écologique par groupement industriel. Le résultat de cette étude donne un bilan économique avec une incidence locale sur la maîtrise des flux polluants.

### 6.5.2. Les autres effluents

Les autres effluents, susceptibles d'être traités par évaporation, sont les fluides de forge, les lessives alcalines, les eaux de lavage des sols, ...

Les fluides de forge sont présents dans l'Industrie Mécanique, ils se définissent par la présence d'eau, d'huile et de graphite en suspension. Ce dernier composé permettrait d'améliorer le coefficient d'échange thermique global **k** par l'indice de conductivité du graphite et il favoriserait ainsi la production de distillat et le facteur de concentration. Ce type de fluide pourrait obtenir de bons résultats sur le procédé CMV, tant en qualité de la phase aqueuse qu'en rentabilité économique.



Les fluides de type lessive alcaline pourraient, comme les fluides de coupe, faire l'objet d'un traitement par évaporation. A ce sujet, nous recommandons d'utiliser un évaporateur à basse pression, comme le procédé PAC, en vue d'obtenir un pH proche de la neutralité pour la phase aqueuse.

Les résultats et les connaissances acquis par ce travail dépassent le cadre restreint des fluides de coupe. Il s'étend jusqu'au traitement des eaux usées pour les PME, grâce à l'implantation d'un procédé d'évaporation sous vide. Les solutions technologiques sont propices à la réutilisation de la phase aqueuse.

### 6.5.3. La teneur en eau du résidu

La réduction de la teneur en eau du résidu, pour des valeurs comprises entre 80 et 60 %, amène une diminution du volume global ( $60\,000\text{ m}^3/\text{an}$ ) transporté sur les routes vers les centres d'élimination et génère une économie de traitement de  $45,73\text{ €/m}^3$  pour l'Industrie Mécanique Française. De plus, elle génère à son tour une économie d'énergie pour la filière d'élimination en Évapo-Incineration puisque la valeur du PCI est plus élevée (le nouveau déchet peut de ce fait être une meilleure source de valorisation énergétique). Le résidu suit la réglementation en vigueur des Déchets Industriels Spéciaux (DIS) relative à l'élimination des déchets [Loi 15 juillet 75, 1975] et il ne change pas de classe [Décret mai 97, 1997].

Un aspect novateur serait de récupérer la majorité de l'eau contenue dans le résidu. Nos travaux sur la concentration par évaporation nous ont montré qu'il est possible de réduire la teneur en eau avec un procédé PAC entre 40 et 20 % à partir d'un effluent de 98 %. La teneur en eau à ce niveau ne change toujours pas la classe du déchet. Par conséquent, les performances du procédé PAC sont une consommation spécifique élevée (supérieure à  $500\text{ kWh/tee}$ ) et un faible débit de production (de l'ordre de  $15\text{ kg/h}$ ). Pour cette technique, le débit s'amenuise au fur et à mesure de la réduction de volume, nous atteignons la limite de fonctionnement face à l'effluent. Par contre, nous pourrions réaliser la concentration à débit de production constant, avec la technique TPC en tenant compte de l'optimisation du diamètre du tube et de la température de paroi et ainsi atteindre des teneurs en eau très faible, par exemple de l'ordre de 5 %, ce qui change la classe du déchet, puisqu'il contiendra majoritairement des composés organiques à 95 %. Ce changement de classe du déchet pourrait probablement s'inscrire dans la collecte des huiles usagées [Décret 21 novembre 79, 1979] [Arrêté 28 janvier 99, 1999] et faire l'objet de reprises gratuites. D'un point de vue économique, notons que le coût d'élimination du résidu ne sera plus de  $152,45\text{ €/m}^3$ . Cela compensera le coût d'exploitation du TPC.

Dans ce cas où le résidu contient majoritairement des composés organiques, le recyclage pour valorisation de la matière devrait être favorisé. Nous citons par exemple la technologie du re-raffinage des huiles usagées [envirosystems, 2001] qui peut contribuer à la préservation d'une ressource non-renouvelable, tout en offrant une option de gestion responsable d'une matière dangereuse résiduelle.

## 6.6. Synthèse des travaux

Nous présentons la synthèse des travaux pour la méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation au Tableau 41.

**Tableau 41 : Méthode de sélection intégrée de procédés d'évaporation.**

Procédés	CMV	PAC	TPC
<b>Paramètres de contrôle</b>			
Densité de flux (kW/m <sup>2</sup> )	27,8	42	160
Pression (mbar)	600	58	500 à 1000
Surface (m <sup>2</sup> )	1	0,5	0,123
<b>Critères Qualité de la phase aqueuse</b>			
Volume d'huile (kg)	4	0,3	4,5 à 9
DCO (mg/l)	2000	600	4000 à 7000
pH	6-9	6,5-7,6	9 à 9,5
Bactéries Aérobie (colonies/ml)	Exempt	10 <sup>4</sup>	Exempt
Réutilisation de la phase aqueuse	Possible	Possible	Possible
<b>Critères Efficacité de séparation</b>			
Débit volumique de vapeur (m <sup>3</sup> /h)	120	800	100
Vitesse de la vapeur (m/s)	1	1	10
Primage	négligeable	négligeable	1 %
Rendement (%)	80	96	74

Critères Performances techniques						
Valeurs	Eau	Fluide de coupe	Eau	Fluide de coupe	Eau	Fluide de coupe
Q (kg/h)	42	31	31,5	22	33	33
Csp (kwh/tt)	95	133	243	308	660	660
Tpi (°C)	-	-	-	-	140	150
k (W/m <sup>2</sup> °C)	1890	1630	8455	1790	4800	3600
Teneur eau (%)		80		80		70
FC admissible		10		10		10
FC maximum		10 - 30*		>20		>15
Teneur eau mini (%)		70		40 à 20		> 40
Facteurs spécifiques à l'encrassement						
Vitesse de dépôt (mm/h)	2,4 10 <sup>-5</sup>		1 10 <sup>-6</sup>		1 10 <sup>-5</sup>	
R (m <sup>2</sup> °C/W)	2,5 10 <sup>-4</sup> (tartre) 7,3 10 <sup>-5</sup> (film gras)		- 3,5 10 <sup>-5</sup> (film gras)		-	
Vitesse de circulation (m/s)	Estimée faible		0,3		0,3	
Examen de la surface d'échange	Croûte		Pas de dépôt		Pas de dépôt	
Forme de l'ébullition	Nucléée en piscine		Flash		Nucléée en convection forcée	
* fluide monophasique de type solution						

Critères Performances économiques			
Coût investissement (k€)	44,97	48,02	24,39
Coût maintenance (k€)	4,57	0,76	3,04
Coût énergie (k€)	1,62	3,65	8,07
Coût exploitation (k€)	9,24	7,47	14,17
VAN (k€)	43,34	45,42	39,63
DRI (ans)	2,7	2,7	2
Effluent admissible pour les micro-émulsions usées			
Teneur en bore (mg/l)	500-1000	500-1000	500-1000
Teneur huile maximum (%)	2	8	6
Amélioration de la phase aqueuse			
Critères Efficacité de séparation	Diminuer la Pression	Pression 25 mbar	Diminuer la Pression
Ajout d'une technique	Ultrafiltration	Ultrafiltration	Ultrafiltration
Rejet vers la STEP	Conforme	Conforme	Conforme
Amélioration du procédé			
Optimisation des coûts d'exploitation	Économie de 15,24 k€ pour l'encrassement	Économie de 7,62 k€ pour l'énergie	-
Modifications techniques	Température d'ébullition	Fluide caloporteur de substitution / surface d'échange	Diamètre du tube / Cyclone

STEP : Station d'épuration urbaine

## 7. CONCLUSION GÉNÉRALE

Ce travail nous a amenés à utiliser la méthodologie de sélection intégrée du procédé d'évaporation pour résoudre la problématique des fluides de coupe usés de l'Industrie Mécanique Française. En effet, le secteur industriel supporte un coût d'élimination élevé dû aux volumes grandissants d'effluents à traiter en centre spécialisé d'Évapo-Incineration. Comme la teneur en eau de l'effluent est supérieure à 96 %, nous avons envisagé une opération de concentration par évaporation. Au terme de cette étude expérimentale, la méthode développée permet d'appréhender les solutions techniques propices pour la réutilisation de la phase aqueuse. Nous avons souhaité un degré de détail technique et économique pour conserver un caractère assez général et pour fonctionner en conditions industrielles. Les principaux critères étudiés pour les procédés Compression Mécanique de Vapeur (CMV), Pompe À Chaleur (PAC) et Tube à Passage de Courant (TPC) sont : la qualité de la phase aqueuse, l'efficacité de séparation, la performance technique et la performance économique. Le modèle global propose de relier les critères étudiés aux paramètres de contrôle du procédé (densité de flux de chaleur, pression de saturation et surface d'échange). Il nous offre l'occasion d'utiliser à la fois des méthodes d'analyses globales (DCO, pH, ...), de caractérisation du comportement des fluides par le coefficient d'échange thermique global  $k$ , de détermination d'encrassement par la cinétique d'entartrage et d'évaluation de la rentabilité économique du projet.

Nous avons expérimenté cinq fluides de coupe représentatifs du domaine, trois fluides biphasiques de type micro-émulsion et deux fluides monophasiques de type solution. L'opération de concentration par évaporation sous vide donne des résultats positifs et prometteurs. Les essais sur les fluides usés, effectués à maintes reprises chez les industriels, nous ont permis de fiabiliser le système, de constater les difficultés qui se posent pour le traitement (moussage, formation éventuelle de gel, ...) et d'observer les opérations de maintenance (encrassement des surfaces d'échange). Les essais de laboratoire sur les fluides neufs ont permis de comprendre et d'anticiper le fonctionnement des évaporateurs. En particulier, ils peuvent prévoir les critères de la qualité de la phase aqueuse et les performances techniques pour les fluides usés en fonction du débit de production de distillat, du facteur de concentration, de la consommation spécifique et de la teneur en eau du résidu. Par contre, il faut émettre des réserves quant à la nature de la pollution qui parfois peut amener une incapacité de traitement par évaporation. Pour certains cas extrêmes, qui ne couvrent pas notre plage de valeurs expérimentales ou de formation de gel, nous recommandons des essais de faisabilité pour valider la compatibilité de traitement.

En ce qui concerne la qualité de la phase aqueuse, les valeurs de ces composants globaux sont comparées aux seuils de rejet figurant dans l'Arrêté du 2 février 1998. Suivant le procédé d'évaporation utilisé, elle peut être conforme ou non conforme au rejet à l'exutoire. Dans le cas des fluides de type micro-émulsion, les phases aqueuses des divers procédés sont non conformes au rejet par la présence d'une fraction d'huile décantée, d'hydrocarbures totaux (huile émulsionnée dans la phase aqueuse) et de contamination bactérienne. De plus, suivant la formule intrinsèque des fluides, la phase aqueuse peut dépasser légèrement les valeurs seuils de NTK, de DCO et de pH. De façon générale, l'exclusion n'est pas totale puisque la DCO et le pH respectent les valeurs des critères réglementaires. Cependant, il est nécessaire d'utiliser une technique membranaire qui permet de rendre la phase aqueuse exempte d'huile et de bactéries aérobies. Par contre, pour les techniques CMV et TPC, la température de la vapeur produit l'effet de stérilisation sur la phase aqueuse. La technique PAC offre la meilleure qualité de phase aqueuse, à l'exception des bactéries aérobies.

Dans le cas où la phase aqueuse ne serait pas acceptée au rejet vers un réseau collectif, les tests de stabilité et de corrosion sur le nouveau fluide de coupe montrent qu'il est possible de réutiliser la phase aqueuse comme ingrédient de base. L'économie de la ressource hydrique au sein de l'atelier est réalisée par l'implantation d'un procédé d'évaporation.

En ce qui concerne l'efficacité de séparation pour les fluides de type micro-émulsion, le rendement se résume par la distillation de mélange non-miscible eau/huile. Ce point explique les résultats expérimentaux sur l'existence d'une fraction d'huile dans la phase aqueuse en fonction de la pression de saturation. Le critère de l'efficacité de séparation dépend aussi du mécanisme de primage. Sous les conditions opératoires des divers procédés, l'entraînement mécanique de gouttes, mesuré sur le distillat par l'élément traceur au bore est négligeable.

Si les conditions opératoires évoluent (pression de saturation, débit volumique de vapeur, section de passage), il est possible d'utiliser la démarche mise en place pour quantifier au niveau analytique le mécanisme de primage et pour déterminer la vitesse de la vapeur. Dans le cas négatif où le primage devient important, il conviendra d'agir sur le procédé en vue de diminuer la vitesse de la vapeur.

Les rendements obtenus sont de l'ordre de 80 % pour la CMV et pour le TPC. Le meilleur rendement est obtenu pour le procédé PAC dont la valeur est supérieure à 96 %. Le calcul théorique et l'expérimentation montrent que l'efficacité de séparation augmente quand la pression diminue.

En ce qui concerne les performances techniques, les valeurs de **k** et du facteur de concentration (FC) montrent qu'il est plus facile de concentrer par évaporation un fluide monophasique de type solution qu'un fluide biphasique de type micro-émulsion. Les méthodes de calcul de **k** sont particulières à chaque technique. Le paramètre **k** permet de classer les fluides par ordre de difficulté relative du point de vue de l'échange thermique. Les procédés étudiés franchissent aisément le facteur de concentration de 10 pour les fluides de type micro-émulsion. Les formules intrinsèques des fluides participent au comportement de

l'échange de chaleur ( $k$ ) et au facteur de concentration (FC). Le refroidissement supplémentaire de la réserve de distillat, pour le procédé CMV, permet d'augmenter le facteur de concentration et diminue la teneur en eau contenue dans le résidu de 80 à 70 %. Le procédé PAC offre l'opportunité d'accéder à des teneurs en eau de 40 à 20 % dans le résidu. Par contre, cette opération amenuise le débit de distillat et est très énergivore. Cependant, en termes de rentabilité économique, il est préférable d'exploiter l'appareillage au facteur de concentration 10 avec une consommation spécifique de 300 kWh/tee. Ce facteur de concentration permettra une marge de manœuvre en fonction de l'alimentation de l'effluent. Le fonctionnement du procédé TPC à débit de production constant aura un rôle compétitif à jouer.

La méthode développée pour évaluer la vitesse d'entartrage montre que la température élevée favorise le dépôt de tartre en paroi. En conditions industrielles, l'encrassement diminue les performances techniques comme, par exemple, le facteur de concentration et induit une augmentation du coût de maintenance. L'étude comparative des procédés identifie les facteurs à prendre en compte tels que : la concentration en calcium initiale, le pH, le facteur de sursaturation  $S$  et les conditions opératoires du procédé (la température de l'effluent, la vitesse de circulation et la forme de l'ébullition). Les procédés PAC et TPC s'encrassent faiblement. Il est possible de diminuer l'encrassement au tartre en CMV grâce à une basse température d'ébullition.

En ce qui concerne les performances économiques, les critères financiers évaluent le contexte d'une PME possédant un volume d'effluent de 200 m<sup>3</sup>/an avec un coût d'élimination de 152,45 €/m<sup>3</sup>. L'objectif est d'obtenir une VAN positive et un DRI faible sur l'horizon de projet. Le traitement en interne, en évaporation sous vide offre une réduction de volume des effluents transportés sur les routes vers les centres d'élimination de 90 %. La rentabilité du projet assure la réduction de ses coûts de traitement de 30 % pour l'investissement d'une technique PAC ou CMV (environ 45 k€).

Pour des volumes d'effluents plus faibles, une orientation vers le groupement géographique en plate forme peut permettre de rentabiliser l'investissement.

L'optimisation des coûts peut s'appliquer aussi au coût d'investissement du matériel acheté, c'est ce que nous avons recherché en faisant l'étude sur le procédé TPC (environ 24 k€). Les résultats des critères financiers ont montré que le TPC a un rôle commercial à jouer dans le domaine du traitement des effluents.

La vision globale du procédé, décrite par les coûts économiques, nous a montré les points qui restent à améliorer en vue de minimiser les dépenses pour les PME, comme la consommation d'énergie et l'encrassement qui influent directement sur le coût d'exploitation. L'amélioration des procédés peut inciter la diminution des coûts d'exploitation de moitié.

Les résultats de nos travaux ont abouti à l'émergence de cinq applications industrielles de traitement au sein de l'Industrie Mécanique avec un site qui a réalisé la réutilisation de la phase aqueuse dans son atelier.



La réalisation du projet ouvre des perspectives intéressantes comme le traitement d'autres types d'effluents, la réduction maximale de la teneur en eau du résidu et la réutilisation de matière organique.

Considérons par exemple dans le secteur de l'Industrie Mécanique les effluents des fluides de forge ou des lessives alcalines qui sont susceptibles d'être traités.

Généralement, les expériences ont montré que la réduction de la teneur en eau à des faibles valeurs est fortement consommatrice d'énergie et amenuise le débit. Par contre, le procédé TPC permettrait de valider l'application à débit de production constant dans la mesure où la température de paroi interne ne perturbe pas le comportement du fluide.

Dans le cadre du concept de développement durable, la préservation de la ressource non-renouvelable est à envisager. L'obtention d'une faible teneur en eau dans le résidu nous oriente vers la valorisation de matière, puisqu'elle offre l'option de gestion responsable d'une matière dangereuse résiduelle. Par exemple, la technologie du re-raffinage donne une occasion de réutiliser la matière.

Ce travail sur la vision globale du procédé, supporté par l'approche intégrée, montre que l'économique est un bras de levier pour améliorer les techniques existantes. La rentabilité du projet met en émergence les sommes d'argent possibles à débloquent. L'étude expérimentale complétée par l'analyse économique apportent le domaine d'applicabilités des technologies et contribuent à faciliter les prises de décision des gestionnaires de l'Industrie Mécanique.

Le problème concret du traitement des fluides de coupe a mis en lumière le concept de choix d'un évaporateur pour diminuer le coût de traitement et réduire l'impact sur l'environnement, spécialement par l'économie de la ressource hydrique.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[AFNOR NF T60-113, 1986]

Norme AFNOR NF T60-113

*Détermination de la teneur en eau. Méthode par distillation. Produits pétroliers.* 1986

[AFNOR NFT 60-100, 1994]

Norme AFNOR NFT 60-100

*Viscosimètres à capillaires en verre pour viscosité cinématique.* 1994, vol. 2.

[AFNOR NFT 90-101, 1997]

Norme AFNOR NFT 90-101

*Demande chimique en oxygène.* 1997, vol. 2.

[AFNOR NFT XP T90-114, 1997]

Norme AFNOR NFT XP T90-114

*Dosage des hydrocarbures totaux.* 1997, vol. 2.

[AFNOR NFT 60-185, 1997]

Norme AFNOR NFT 60-185

*Tendance au moussage des liquides d'usinage aqueux.* 1997, vol. 2.

[Agence de l'Eau, 1997]

Aides à la réduction des pollutions industrielles 7<sup>ème</sup> programme d'intervention (1997/2002).

Agences de l'Eau : Rhône - Méditerranée- Corse et Loire – Bretagne

[Agence de l'Eau, 2000]

Référence des coûts d'évapo-incinération sur le territoire français. Agence RMC 2000

[Arrêté, 1996]

Arrêté du 18 avril 1996 portant modalités d'agrément des laboratoires pour certains types d'analyses des eaux ou des sédiments. *Journal Officiel* du 14 juin 1996.

[Arrêté, 1996]

Arrêté du 10 octobre 1996 relatif aux installations d'incinération de DIS. *Journal Officiel* du 16 octobre 1996

## Références bibliographiques

[Arrêté, 1998]

Arrêté du 2 février 1998 relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation. *Journal Officiel* du 3 mars 1998

[Arrêté 28 janvier 99, 1999 ]

Arrêté du 28 janvier 1999 redéfinissant les conditions de ramassage et d'élimination des huiles usagées. *Journal Officiel* du 24 février 1999

[ASTM D 2887, 1993]

Norme ASTM D 2887, Standard test method for Boiling range distribution of petroleum fractions by gas chromatography, 1993, ASTM volume 05.02.

[Bailly, 1971]

**BAILLY, M.** *Thermodynamique technique*. 1. Chaleur, principes, gaz et vapeurs. Paris-Montréal Édition Bordas 1971

[Belkacem, 1995]

**BELKACEM, M.** *Nouvelle méthodologie dans le traitement des huiles de coupe par ultrafiltration*. Thèse INSA-Toulouse 1995

[Bergery, 1999].

**BERGERY, C.** *Traitement des fluides de coupe usés par les techniques membranaires*. DEA Sciences et Technique du Déchet, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et INSA-Lyon 1999

[Bricard, 1997]

**BRICARD, A.**

*Coefficient d'échange thermique et densité de flux critique en ébullition convective pour un corps pur et un mélange*. Note technique Greth n°97/448, 1997

[Bonneau, 1994]

**BONNEAU, P.**

*Dimensionnement d'installation TPC pour écoulement diphasiques*. Note EDF/DER HE-94/019, 1994

[Blanc-Féraud, 1981]

**BLANC-FÉRAUD, P.**

Comparaison thermodynamique de différents modes de concentration de solutions. Économies d'énergie possibles. E.D.F. Bulletin de la direction des études et recherches *série A Nucléaire, hydraulique, thermique*, n°1, 1981, pp7-16

[Boiarski, 1996]

**BOIARSKI, M.**

Thermodynamic Properties and Efficiency of FRIGC FR-12 As a R-12 Substitute.  
*Proceedings of the 1996 International Conference on Ozone Protection Technologies*,  
Washington, DC, October 21-23, pp.71-80.

[Bouchard, 2000]

**BOUCHARD, C. KOUADIO, P.**

Les procédés à membranes et leurs applications en production d'eau potable  
*Vecteur Environnement Section scientifique*, 2000, Vol. 33, n°4, p.28-46

[Brun, 1989]

**BRUN, JP.**

Procédés de séparation par membranes.  
Paris, Édition Masson 1989

[Cotteret, 1999]

**COTTERET, J.**

Communication personnelle. Centre de recherche Elf Solaize.1999.

[Clupty, 2000]

**CLUPTY, J.**

Communication personnelle. 2000.

[Cetim, 1989]

**CETIM**

Guide d'emploi des fluides de coupe.  
Saint-Etienne, Édition du Cetim, 1989, vol.1

[Cetim, 1997]

Étude de la conductivité sur un fluide de coupe en servie. Rapport d'étude. 1997

[Cengel, 1998]

**CENGEL**

*Heat Transfer A Basic Approach*. Mc Graw-Hill, New York 1998

[CPL, 1998]

Centre Professionnel des Lubrifiants - Lubrifiants Statistiques 98

[Davies, 1973]

**DAVIES, JT., RIDEAL, EK.**

*Interfacial Phenomena.*

New-York, Academic Press, 1973

[De Montaudie, 1996]

**DE MONTAUDIE, B.** Les usages professionnels – Amortissements fiscaux revue Industries Mécaniques Mai 1996 p32

[D'Hollander, 1995]

**D'HOLLANDER, V.**

*Les fluides aqueux pour la coupe des métaux.*

Formation industrie ESSO, 1995

[Décret 21 novembre 79, 1979]

Décret n° 79-981 du 21 novembre 1979 portant sur la réglementation de la récupération des huiles usagées. *Journal Officiel* du 23 novembre 1979

[Décret, 1997]

Décret n°97-517 du 15 mai 1997 relatif à la classification des déchets dangereux. *Journal Officiel* du 23 mai 1997.

[IP 287, 1978]

Norme IP 287, *Rust prevention characteristics of soluble oil emulsions chip/filter paper method*, 1978, ASTM volume 2.

[Elf, 1998]

Société de lubrifiant Elf

Communication personnelle. 1998

[envirosystems, 2001]

Communication sur la technologie du re-raffinage développé par la société Envirosystems Inc. 2001

[Gauthier, 1984]

**GAUTHIER, A. HUCHON, J.**

La recompression mécanique de vapeur. Application à la concentration par évaporation. Installation à forte capacité évaporatoire. *Les cahiers de l'ingénierie*. Ampere 82, 1984

[Greth, 1989]

Entartrage. *Manuel technique du Greth*. 1989

[Gauthier, 1985]

**GAUTHIER, A. HUCHON, J.**

Concentration par évaporation (faible capacité évaporatoire). Cristallisation par évaporation. Valorisation de rejets thermiques. Distillation. Séchage. *Les cahiers de l'ingénierie*. Ampere 82, 1985.

[Gardner, 1977]

**GARDNER**

*Separation of liquids from gases and vapors*. Central Electricity and fluids flow service and National Engineering Laboratory. AERE HARWELL. 1977

[Grillot, 1997]

**GRILLOT, J.M.**

Compact heat exchangers liquid-side fouling  
*Applied Thermal Engineering*, 1997, Vol.17, p.717-726

[Greth, 1997]

Transfert thermique de chaleur. *Manuel technique du Greth*. Grenoble 1997

[Heat Atals, 1993]

*Heat Atlas* Verein Deutscher Ingenieure-Verlag. Lauterbach 1993

[IP 137, 1981]

Norme IP 137, Détermination de la concentration globale des fluides de coupe aqueux par la méthode de la coupure acide, 1981, volume 1.

[ISO 9963, 1996]

ISO 9963-1, Détermination de l'alcalinité - partie 1 : Détermination de l'alcalinité totale et composite, février 1996 NF en ISO 9963-1, AFNOR tome 2.

ISO 9963-2, Détermination de l'alcalinité - partie 2 : Détermination de l'alcalinité carbonate, février 1996 NF en ISO 9963-2, AFNOR tome 2.

[ISO 11 885, 1996]

Norme NF ISO 11 885

*Qualité de l'eau – Dosage de 33 éléments par spectroscopie d'émission atomique à plasma couplé par induction (ICP)*. 1996, vol. 1.

[Industries et Techniques, 1999]

Les 7 défis pour l'usineur – L'usinage à sec est-il possible ?

*Industries et Techniques* n° 804 mai 1999

## Références bibliographiques

[ISO 6743/7, 1987]

norme NF ISO 6743/7

Classification des fluides pour le travail des métaux. Avril 1987

[Laboratoire Municipal, 1999]

Analyse de l'eau.

Laboratoire Municipal de Saint-Etienne, 1999

[Lange, 1934]

**LANGE**

Handbook of chemistry. *Technomic Publishing*. 1934

[Liu, 1971]

**LIU, S.T., NANCOLLAS, G.H.**

The Kinetics of dissolution of calcium sulfate dihydrate

*Journal of Inorganic & Nuclear Chemistry*, 1971, Vol.33, p.2311-2316

[Langelier, 1950]

**LANGELIER, W.F., CALDWELL, D.H., LAWRENCE, W.B.**

Scale control in Sea Water Distillation Equipment

*Industrial and Engineering Chemistry*, 1950, Vol.42, N°1, p.126-130

[Le Goff, 1981]

**LE GOFF, R. ALMIN, Y.**

Application industrielle des pompes à chaleur au séchage ou à la concentration. E.D.F.

Bulletin de la direction des études et recherches *série A Nucléaire, hydraulique, thermique*, n°1, 1981, pp21-32

[Loi, 1975]

Loi n °75-633 du 15 juillet 1975 relative à l'élimination des déchets et à la récupération des matériaux. *Journal Officiel* du 16 juillet 1975.

[Lprai, 1998]

Construction de la matrice D-optimale à 20 expériences.

Laboratoire de Méthodologie de Recherche Expérimentale de l'Université Saint-Jérôme d'Aix-Marseille III.

[Microtest A, 1985]

*Contrôle du nombre de bactéries aérobies, germes totaux, moisissures et levures dans les fluides d'usinage*. Saint-Etienne, CETIM, méthode n° 5, 1985

[Ouazia, 1996]

**OUAZIA, B., SNELSON, W.K.**

Performance Analysis of R-134a Evaporation Heat Transfer and Pressure Drop in a Plate Heat Exchanger, *HTFS Annual Conference*, London, UK, October 23-25, 1996

[Peureux, 1997]

**PEUREUX, J.L.**

*Concentration par évaporation avec recompression mécanique de vapeur. Application au traitement des effluents liquides en sidérurgie.* La revue de Métallurgie-CIT, 1997 p121-128

[Poré, 1976]

**PORE, J.**

*Les dispersions aqueuses.*

Paris Édition Société des publications « Le Cuir », 1976, p127-139

[Proth, 92]

**PROTH, J.M.**

Conception et gestion des systèmes de production

Paris Édition PUF, 1992

[Protocole de Montréal, 1987] Protocole de Montréal sur les substances affectant la couche d'ozone 1987 [www.unmfs.org/index.htm](http://www.unmfs.org/index.htm)

[Reynaud, 1984]

**REYNAUD, J.F.**

*Concentration par évaporation et recompression mécanique de vapeur.* Eyrolles 1984

Collection de la DER de EDF 215p.

[Rodier, 1984]

**RODIER, J.**

L'analyse de l'eau. *Méthode spectrophotométrie d'analyse du NTK au réactif de Nessler.*

Colorimétrie, Analyses chimiques, Méthodes et Techniques Instrumentales modernes. Paris DUNOD pp 1528

[Sacadura, 1978]

**SACADURA, J.F.**

Initiation aux transferts thermiques. *Technique et documentation.* Paris 1978

[Stephan, 1992]

**STEPHAN, K.**

*Heat transfer in condensation and boiling.* Springer-Verlag 1992



[Sulmont, 1974]

**SULMONT, B.** *Précipitation de l'hydroxyde de magnésium en solution.*

Thèse de Docteur-Ingénieur : Université Scientifique et Médicale de Grenoble, 1974, 142 p.

[Taylor, 1999]

**TAYLOR, J.S. WIESNER, M.**

*Membranes*

Water Quality and Treatments American Water Works Association

Mc Graw-Hill, New York, chapter 11, 1999

[Terral, 1998]

**TERRAL, O. BANDELIER, P.** *Testing and modeling of Electrical Tubular Heat Exchanger.* 11<sup>th</sup> International Heat Transfer Conference. Grenoble. 1998 p.394-403

[Terral, 1997]

**TERRAL, O.** *Modélisation de l'évaporation dans un TPC.* Note EDF/DER HE-97/027, 1997

[Terrien, 1999]

**TERRIEN, P.** Une innovation technique au service de l'amélioration des procédés. *Informations Chimie Magazine* n°407, 1999

[Thiriez, 1984]

**THIRIEZ, H.** *Initiation au calcul économique.* Paris, DUNOD 1984 pp188

[Tadros, 1988]

**TADROS, T.**

Considérations sur les aspects actuels des émulsions et dispersions.

*Informations Chimie Magazine* n°293 et 294, 1988

[Terral, 1998]

**TERRAL, O.**

*Le tube à passage de courant : un nouveau concept d'échangeur pour une amélioration des procédés.* Note EDF/DER HE-98/003, 1998

[Viscosimètre capillaire, 1974]

La théorie de la lubrification et ses applications. Société Française des Pétroles BP, Paris PYC Édition, 1974, p15-3

[Wuithier, 1958]

**WUITHIER, P.** La distillation Tome I Équilibre liquide-vapeur École du Pétrole et des Moteurs Centre Étude Supérieures de Raffinage et de Génie Chimique, janvier 1958

## ANNEXE 1 : EAU DE LA VILLE DE GRENOBLE

Le Tableau A.42 donne la composition de l'eau pour la ville de Grenoble, où l'eau est réputée moyennement entartrante et les résultats de calcul de la vitesse de croissance.

Tableau A.42 : Composition de l'eau de la ville de Grenoble.

Cations ppm									
Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Al <sup>3+</sup>	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>
57,4	7,4	21,8	0,97	< 0,02	< 0,02	< 0,05	0,048	0,038	0,01

Anions ppm							
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	F <sup>-</sup>	P (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )
0	146	32	48	3,4	< 0,015	0,115	0,03

Tableau A.43 : Calcul de l'indice de Langelier.

[Ca <sup>2+</sup> ] soit CaCO <sub>3</sub> ppm	[HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ] soit CaCO <sub>3</sub> ppm	[sels dissous] ppm	pH
57,4 144	146 239	317	6,5

Température °C	pCa	palk	pC	pHs (pCa + palk + pC)	Indice Langelier (pH-pHs)	Caractère entartrant
60	2.8	2.3	1,55	6,65	~ -0,1	~neutre
90	2.8	2.3	1,16	6,26	0,25	légèrement incrissant

Comme ordre de grandeur utile de l'Équation 23, on prendra pour K une valeur voisine de  $38 \text{ mm/h} \cdot (\text{mol/l})^2$  à  $80^\circ\text{C}$  et une énergie d'activation de  $10 \text{ kcal/mol}$ . Ces valeurs sont des approximations issues des données cinétiques. La valeur de  $K_0$  correspondante est donc  $5,38 \cdot 10^7 \text{ mm/h} \cdot (\text{mol/l})^2$ .

**Tableau A.44 : Calcul de la vitesse de croissance.**

Température (°C)	pH <sub>s</sub>	C* ppm	C-C* ppm	C-C* mol/l	K mm/h. (mol/l) <sup>2</sup>	de/dt mm/h
60	6.5	60	0	0	16	0
70	6.5	53	4	$1 \cdot 10^{-4}$	25	$2,5 \cdot 10^{-7}$
80	6.5	47	10	$3 \cdot 10^{-4}$	38	$2,4 \cdot 10^{-6}$
90	6.5	40	17	$4 \cdot 10^{-4}$	56	$1 \cdot 10^{-5}$

## ANNEXE 2 : MÉTHODES D'ANALYSES

### Torche à plasma ICP

La quantité d'éléments tels que le bore, le calcium et le sodium présents dans l'eau, est dosée à l'aide de l'appareil JOBIN YVON JY 24, par la méthode de spectrométrie d'émission séquentielle à plasma ICP (Plasma à Couplage Inductif). L'échantillon à analyser est introduit dans un plasma d'argon, induit par haute fréquence 40,68 MHz, où règne une température de l'ordre de 8 000 K. L'échantillon est nébulisé sous forme d'aérosol dans le plasma. Du fait de la haute température qui règne dans le plasma, le solvant est vaporisé, les liaisons moléculaires sont cassées et les atomes sont excités et ionisés. Chaque élément émet un spectre de lumière qui lui est caractéristique. L'intensité du faisceau lumineux est quantifiée par le photomultiplicateur. Cette intensité est proportionnelle à la concentration de chaque élément. La précision dépend en partie du pouvoir de résolution de l'appareil (capacité de séparation des raies caractéristiques, en vue d'éviter les interférences avec des raies spectrales d'autres éléments). C'est le rôle du monochromateur (distance focale de 640 mm), équipé d'un réseau holographique de 2400 traits/mm travaillant dans deux ordres, dont la dispersion linéaire atteint 0,30 nm/mm (UV) et 0,60 nm/mm (visible). La concentration est donnée en  $\text{mg.l}^{-1}$  par le système informatique.

Les échantillons sont dilués de manière à ce que la concentration injectée soit dans la gamme de mesure de l'appareil. Une droite d'étalonnage a été effectuée pour chaque élément analysé. Dans la méthode utilisée, le bore est analysé sous forme dissoute sur une gamme de concentration allant de 0 à 500 mg/l. Dans ces conditions, la limite de détection retenue est de 0,5 mg/l.

### DOSAGE DU BORE

1. Méthode : Spectrométrie d'émission séquentielle à plasma

2. Appareillage :

JOBIN YVON JY 24

monochromateur de distance focale 640 mm

réseau holographique de 2400 traits/mm travaillant dans deux ordres

dispersion linéaire atteinte 0,30 nm/mm (UV) et 0,60 nm/mm (visible)

3. Conditions opératoires :

Longueur d'onde du bore,  $\lambda = 249,77$  nm

Fentes entrée 21  $\mu\text{m}$  et sortie 22  $\mu\text{m}$

Puissance du générateur 1 000 W

Débit de gaz

Plasmagène : 12 l/min

Gainage : 0,2 l/min

Nébulisation : 0,35 l/min pour une pression de 3,3 bars

4. Etalonnage

La droite d'étalonnage est construite après passage de plusieurs solutions étalons.

5. Préparation des échantillons

Conformément à la Norme ISO 11 885 « Qualité de l'eau – Dosage de 33 éléments par spectroscopie d'émission atomique à plasma couplée par induction », les échantillons sont mis à pH 2 avec HCl avant analyse.

6. Mesure

Trois mesures successives sont effectuées sur deux prélèvements différents pour chaque analyse. La teneur annoncée est la moyenne des résultats obtenus sur chacun des prélèvements en mg/l. La précision retenue est de 0,5 mg/l pour la gamme de concentration de 0 à 500 mg/l.

## Spectrométrie infrarouge

Le dosage des hydrocarbures totaux s'effectue selon la Norme AFNOR NFT XPT 90-114 au moyen de l'appareillage Magma-IR de NICOLET, modèle 550. La méthode d'identification est un dosage non-destructif basé sur l'étude de l'absorption par l'échantillon des radiations électromagnétiques de l'infra-rouge. La norme définit les hydrocarbures totaux comme les produits hydrocarbonés extractibles par le tétrachlorure de carbone en milieu acide et donne un maximum d'absorption dans la bande spectrale du nombre d'ondes comprises entre 3 290  $\text{cm}^{-1}$  et 3 510  $\text{cm}^{-1}$ .

Le protocole opératoire s'inscrit comme suit :

- extraction des produits hydrocarbonés par le tétrachlorure de carbone ;
- séparation des hydrocarbures des autres matières organiques par chromatographie liquide ;
- détermination spectrophotométrique de la somme des absorbances infrarouge de l'échantillon.

## Dosage de l'azote de Kjeldahl NTK

L'azote réduit de Kjeldahl est composé d'azote organique et ammoniacal (composés non oxydés de l'azote). L'azote présent dans l'eau peut avoir un caractère organique ou minéral.

### 1. Principe

Le protocole s'effectue en trois étapes, minéralisation de l'azote organique, entraînement à la vapeur d'eau de l'ammoniac et colorimétrie par la mesure spectrophotométrique au réactif de Nessler.

### 2. Matériels

Matras de 500 ml

Rampe de minéralisation avec collecteur de vapeur acide

Appareil de distillation

Spectrophotomètre Labomed 22RS

### 3. Étapes

Minéralisation  $N_2 \rightarrow NH_4^+$

Introduire 50 ml d'échantillon dans un matras, puis ajouter 10 ml de  $H_2SO_4$  (36 M) et le catalyseur. Porter à ébullition (douceement puis fortement), l'échantillon se concentre jusqu'à apparition de fumées blanches. Maintenir l'ébullition pendant deux heures. Après minéralisation, laisser la fiole refroidir à température ambiante.

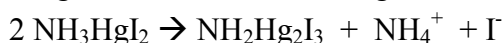
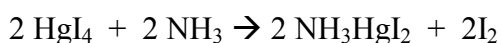
Distillation  $NH_3$

Mise de l'échantillon en milieu basique avec 60 ml de NaOH (6 N).

L'ammoniac est distillé sous la pression atmosphérique.

Colorimétrie Nessler  $NH_4^+$

Le réactif de Nessler (iodo-mercure de potassium alcalin), en présence d'ions ammonium, est décomposé avec formation d'iodure de dimercuriammonium qui permet le dosage des ions ammonium.



#### 4. Mesure

Base de la photométrie : loi Beer-Lambert

Laisser la colorimétrie se développer pendant dix minutes et mesurer au spectrophotomètre la longueur d'onde de 420 nm.

Dilution possible si la couleur tire vers l'orangé.

Contrôle d'une valeur de la gamme d'étalonnage. Voir si pour 1 mg/l, l'absorbance est de 0,146.

Le seuil de détectabilité est de 0,1 mg/l.

Détermination de la concentration de l'échantillon en mg/l en Azote de Kjeldahl.

#### **Demande Chimique en Oxygène (DCO)**

L'analyse est réalisée sur le colorimètre Hach. La DCO en mg/l est définie comme la quantité d'oxygène en mg O<sub>2</sub> consommée par litre d'échantillon. L'échantillon monophasique est chauffé deux heures, à 150°C, avec un oxydant puissant, le dichromate de potassium. Les composés organiques oxydables réduisent l'ion dichromate (Cr<sup>6+</sup>) en ion chrome (Cr<sup>3+</sup>). Dans la mesure colorimétrique pour la gamme de 0 à 1 500 mg/l, la quantité de Cr<sup>3+</sup> produite est mesurée. Le zéro de l'appareil est effectué avec de l'eau déminéralisée.

La DCO se différencie par le volume de la prise d'essai (10 ml au lieu de 2 ml), par la méthode de titration (AFNOR NFT 90-101) et de colorimétrie pour le système Hach.

Interférences :

Les tubes de DCO contiennent suffisamment de sulfate mercurique pour complexer jusqu'à 2 000 mg/l de chlorure.

L'homogénéité de l'échantillon et le nombre de dilution peuvent perturber la mesure sur une prise d'essai de 2 ml.

Dans le cas de la phase aqueuse produite lors de l'évaporation, le milieu est diphasique, l'huile est en émulsion dans l'eau et produit une forte erreur de mesure, car 20 µg d'huile donne une DCO > 1 500 mg/l.

Les hydrocarbures aromatiques et la pyridine ne sont pas oxydés de façon complète.

#### **Microtest A : Dénombrement de bactéries aérobies**

##### 1. Instructions d'utilisation

La gélose nutritive avec chlorure de tétrazolium (T.T.C.) - côté clair - détermine la quantité totale de bactéries dans les fluides susceptibles de contamination microbienne.

##### 2. Dimensions des plaques

19\*50 mm - 950 mm<sup>2</sup> - quadrillées pour faciliter le décompte et munies d'une pointe pour l'égouttement.

### 3. Mode d'emploi

- dévisser et sortir la lame sans toucher les géloses ;
- plonger la lame dans le fluide à tester ou vaporiser sur les géloses, ou laisser couler le fluide sur les géloses ;
- laisser égoutter pour enlever l'excès de fluide, quelques secondes ;
- remplacer la plaque dans son tube ;
- porter les indications sur l'étiquette et la coller sur le tube.

### 4. Incubation

Les lames inoculées seront incubées à une température voisine de celle du fluide au travail (c'est à dire, celle où l'infection est apparue). Exemples: Eaux de procédés de 25° à 30° C, fluides de refroidissement (laminoirs, ...) +/-30° C.

Le temps d'incubation est de 2 à 3 jours. L'apparition de micro-organismes sera d'autant plus rapide que la température est celle du fluide au travail (température optimum des différents micro-organismes).

Si la température est très différente, la croissance microbienne sera plus lente; aussi sera-t-il nécessaire d'incuber plus longtemps pour obtenir une lecture réelle.

### 5. Évaluation

L'incubation réalisée, sortir la lame et comparer la densité des colonies avec la table de référence, établir le décompte et la replacer dans son tube.

### 6. Interprétation des résultats

Presque toutes les bactéries aérobies croîtront sur la face T.T.C. La plupart apparaissent en taches rouges. Il est alors facile de les comparer avec la table de référence et de déterminer le nombre et la densité des colonies.

Les plaques sont quadrillées pour faciliter le calcul. La présence de colonies incolores doit être incluse dans le décompte.

Si le contenu bactérien est élevé, une croissance confondue peut apparaître plutôt que des colonies distinctes.

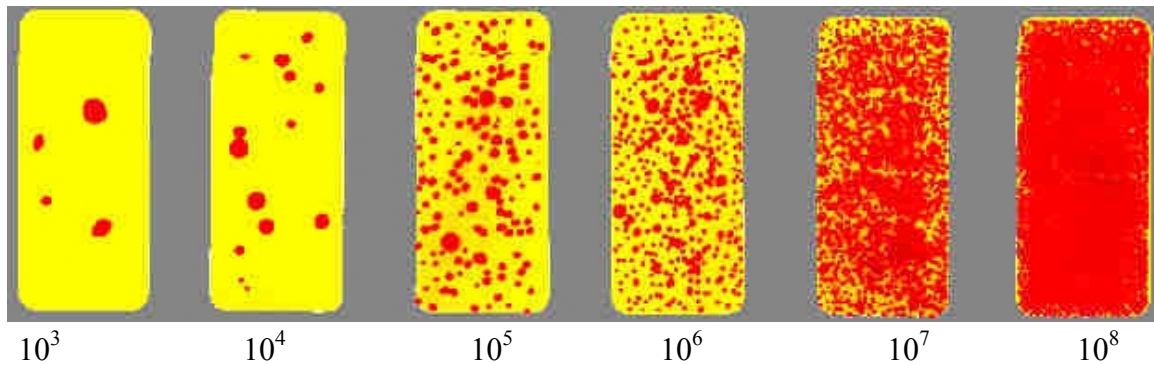
Si cette croissance confondue est incolore, elle peut être interprétée à tort comme une "non-croissance".

Il est recommandé d'examiner la lame à la lumière et de la comparer avec une lame stérile.



Table de référence pour les bactéries

Bactéries/ml



7. Conservation des MICROTEST A

Les tubes de MICROTEST A doivent être conservés dans un endroit frais mais non réfrigéré. Ils resteront utilisables aussi longtemps que les surfaces T.T.C. demeurent lisses et adhérentes à la lame de plastique.

8. Destruction des lames utilisées

Nous recommandons, pour les désinfecter, de les plonger pendant 16 heures dans une solution à 5 % d'un bactéricide dans de l'eau avant de les jeter à la poubelle.

9. Domaine d'application

Industries de coupe et de transformation des métaux, industries pétrolière et pétrochimique, traitement des eaux, industrie du papier et du carton, industrie de la peinture et du latex.

## ANNEXE 3 : RELEVÉS DES DIFFÉRENTS ESSAIS DU TPC

Légende :

Te Jus :	température d'entrée jus
Pe Jus :	pression d'entrée jus
Tsate Jus :	température de saturation entrée jus
Qe Jus :	débit de jus
Ts Jus :	température sortie jus
Ps Jus :	pression sortie jus
Tsats Jus :	température de saturation sortie jus
Q Prod :	débit de production
Q Ret :	débit de retour
W th :	puissance thermique
W elec :	puissance électrique
Tp1 à Tp4 :	température paroi externe
Tf2 à Tf4 :	température du jus
Flash :	débit de production par flash calculée
Ebullition :	débit de production par ébullition nucléée calculée
Prod.Calc :	débit de production somme flash et nucléée
Qjus – Qret :	écart de débit entre jus et retour
Prod.Mes :	débit de production mesurée
$\Delta$ production :	écart entre la mesure et le calcul

# ANNEXE : Résultats TPC

Stéphane Jedrejka/Thèse en Sciences et Techniques du Déchet/ 2002 /École Nationale Supérieure des Mines

Conditions	N°	Date	Heure	TsJus °C	PeJus bars abs	TsatsJus °C	QsJus l/h	TsJus °C	PsJus bars abs	TsatsJus °C	QProd l/h	QRet l/h	Wh W	Welec W	Tp1 °C	Tp2 °C	Tp3 °C	Tp4 °C	T2 °C	T3 °C	T4 °C	Flash kg/h	Ebullition kg/h	Prod. Calc kg/h	Qjus-Qret l/h	Prod. Mes l/h	Δproduction %
Essais en eau	1	23/10/1997	112812	103.6	1.329	107.8	326	105.4	1.216	105.2	32.4	299	14787	20000	123.4	118.5	119.9	125.5	104.7			-1.1	31.9	30.8	26.5	32.4	-5.3
	2	23/10/1997	113248	103.9	1.322	107.6	302	105.4	1.222	106.3	27.5	306	4540	20000	124.0	119.0	120.0	124.2	104.6			-0.8	31.9	31.0	-2.5	27.5	11.2
	3	23/10/1997	113807	104.6	1.330	107.8	325	105.5	1.224	106.4	33.3	304	10659	20000	123.5	119.3	119.9	125.8	104.7			-0.5	31.9	31.3	21.1	33.3	-6.3
Pe=1.2 bars	4	23/10/1997	114837	104.4	1.292	107.0	319	104.7	1.188	104.5	36.4	300	7862	25100	126.0	119.6	121.0	127.1	103.8			-0.2	40.0	38.8	18.2	38.4	3.4
P=20 à 30 kW	5	23/10/1997	115621	105.2	1.306	107.3	322	104.8	1.191	104.6	20.4	295	15792	25100	125.8	119.1	120.6	127.1	104.2			0.2	40.0	40.2	27.0	20.4	49.2
Q=320 l/h	6	23/10/1997	120534	105.4	1.320	107.6	325	105.2	1.204	104.9	43.9	282	24361	30300	128.8	121.6	123.2	130.6	104.3			0.1	48.3	48.4	43.7	43.9	9.3
	7	23/10/1997	121102	106.1	1.313	107.4	323	105.0	1.195	104.7	49.8	266	18918	30100	128.4	121.6	123.1	130.3	103.6			0.1	47.9	48.0	36.7	49.8	-3.6
	8	23/10/1997	123913	106.0	1.298	107.1	310	104.7	1.184	104.4	34.4	284	13153	30300	128.2	121.7	122.1	130.3	103.8			0.8	48.3	49.0	26.1	34.4	29.9
	9	23/10/1997	124737	106.0	1.294	107.0	321	104.6	1.180	104.3	34.2	285	19861	30300	128.1	120.8	122.3	129.7	103.8			0.8	48.3	49.1	36.0	34.2	30.3
Essais en eau	10	27/07/1998	153101	104.8	1.206	105.8	309	99.6	0.976	99.0	53.2	344	25082	30000	139.0	135.3	133.2	133.1	103.4	102.5	99.9	3.1	47.8	50.9	44.9	53.2	-4.5
	11	27/07/1998	153245	104.2	1.197	104.7	391	99.7	0.979	99.1	37.3	342	26480	30000	138.5	135.5	133.3	133.3	103.6	102.8	99.9	3.3	47.8	51.1	48.9	37.3	27.8
	12	27/07/1998	153434	103.6	1.211	105.1	390	99.6	0.974	98.9	50.1	345	23672	30000	138.6	135.6	133.2	133.2	103.5	102.6	99.8	2.9	47.8	50.7	45.3	50.1	1.0
Pe=1.0 bar	13	27/07/1998	153713	103.3	1.184	104.4	391	99.6	0.973	98.9	37.3	344	25980	30000	138.4	135.4	133.8	133.3	103.3	101.7	100.0	2.7	47.8	50.5	47.2	37.3	26.2
P=30 kW	14	27/07/1998	154049	103.5	1.207	105.0	390	99.6	0.977	99.0	37.3	346	24321	30000	138.5	135.7	133.2	133.4	103.7	102.7	99.8	2.8	47.8	50.6	44.0	37.3	26.3
Q=400 l/h	15	27/07/1998	154438	103.3	1.205	104.9	389	99.5	0.977	99.0	50.7	345	24096	30000	138.8	135.5	133.1	133.4	103.5	102.0	99.9	2.7	47.8	50.5	44.2	50.7	-0.5
	16	27/07/1998	154802	103.3	1.181	104.3	389	99.5	0.974	98.9	52.1	352	24793	30000	138.4	135.6	132.9	133.3	103.0	101.9	99.9	2.7	47.8	50.5	37.3	52.1	-3.2
	17	27/07/1998	155148	103.3	1.208	105.0	389	99.5	0.973	98.9	52.3	347	24869	30000	138.3	136.9	133.2	133.2	102.7	102.6	99.9	2.7	47.8	50.5	41.6	52.3	-3.5
	18	27/07/1998	155521	103.3	1.199	104.8	391	99.5	0.972	98.8	44.2	343	20744	30000	138.2	135.5	133.1	133.2	103.6	102.2	99.5	2.7	47.8	50.5	47.9	44.2	12.6
	19	27/07/1998	155756	103.4	1.182	104.4	390	99.5	0.972	98.9	40.4	343	10765	30000	138.1	135.4	133.0	133.1	103.2	102.0	100.0	2.9	47.8	50.7	47.1	40.4	20.2
	20	27/07/1998	160019	103.5	1.181	104.4	391	99.5	0.971	98.8	42.9	342	20003	30000	138.4	135.2	133.1	133.2	103.5	101.9	99.7	2.9	47.8	50.7	48.5	42.9	15.3
	21	27/07/1998	160400	103.3	1.195	104.7	391	99.4	0.970	98.8	51.4	347	24388	30000	138.1	136.5	133.0	133.1	103.4	102.0	99.7	2.8	47.8	50.6	44.0	51.4	-1.6
Essais en eau	22	13/08/1998	164109	94.0	0.873	95.9	399	83.4	0.501	81.4	56.3	354	25337	30000	127.4	124.7	121.1	118.1	93.8	91.8	86.4	7.9	47.8	55.7	44.8	56.3	-1.1
	23	13/08/1998	164227	94.7	0.885	96.2	397	83.4	0.504	81.5	41.8	353	17260	30000	127.9	124.8	121.4	118.1	94.0	92.3	86.8	8.3	47.8	56.1	44.2	41.8	25.5
	24	13/08/1998	164403	94.8	0.885	96.3	397	83.0	0.493	81.0	39.7	348	22572	30000	128.0	124.9	121.4	118.0	94.0	92.3	86.5	8.7	47.8	56.5	48.7	39.7	29.7
Pe=0.5 bar	25	13/08/1998	164528	94.8	0.873	95.9	401	82.7	0.489	80.8	58.4	348	25851	30000	127.6	124.6	121.1	117.8	93.3	91.8	86.4	9.0	47.8	56.8	53.4	58.4	-2.9
P=30 kW	26	13/08/1998	164649	95.2	0.884	96.2	395	82.9	0.493	81.0	57.2	346	25170	30000	127.7	124.5	121.2	117.9	93.9	92.2	86.4	9.0	47.8	56.8	49.0	57.2	-0.7
Q=400 l/h	27	13/08/1998	164813	95.4	0.885	96.3	395	83.0	0.494	81.0	37.1	345	23100	30000	127.8	124.8	121.3	117.9	94.1	92.3	86.6	9.0	47.8	56.8	50.1	37.1	34.7
	28	13/08/1998	164935	95.2	0.886	96.3	395	83.1	0.496	81.2	50.7	340	21766	30000	127.8	124.8	121.4	117.9	94.0	92.3	86.7	8.8	47.8	56.6	54.4	50.7	10.4
	29	13/08/1998	165102	95.2	0.888	96.3	392	83.1	0.494	81.1	59.0	346	26305	30000	128.0	125.0	121.6	118.2	94.2	92.4	86.8	8.7	47.8	56.5	45.9	59.0	-4.5
	30	13/08/1998	165226	95.6	0.887	96.3	398	83.2	0.495	81.1	40.2	349	15945	30000	127.9	124.9	121.5	118.1	94.1	92.4	86.6	9.1	47.8	56.9	49.4	40.2	29.3
	31	13/08/1998	165656	95.6	0.888	96.4	403	83.5	0.504	81.6	40.9	351	16370	30000	127.9	125.0	121.5	118.2	94.2	92.4	86.8	9.0	47.8	56.8	52.1	40.9	27.9
	32	13/08/1998	165817	95.6	0.904	96.8	396	83.7	0.507	81.7	39.7	350	21000	30000	128.5	125.3	121.9	118.5	94.6	93.0	87.4	8.8	47.8	56.6	46.3	39.7	29.7
	33	13/08/1998	170022	96.5	0.895	96.6	390	83.8	0.511	81.9	57.6	371	25216	30000	128.4	125.6	122.0	118.7	94.8	93.1	87.6	9.2	47.8	56.9	19.7	57.6	-1.2
Allures entraînement par traçage sauté	A	11/10/1999	141341	94.4	0.963	98.6	402	72.7	0.324	70.9	58.5	341	22300	30000	130.0	125.1	122.1	116.7	97.9	93.1	84.6	16.2	47.8	64.8	61.1	58.5	8.5
	B	11/10/1999	142905	94.8	0.909	99.3	410	72.9	0.325	71.0	62.8	347	24400	30000	130.0	125.1	122.2	116.7	97.3	95.3	84.5	16.6	47.8	64.4	62.8	62.8	2.5
	C	11/10/1999	160114	92.5	0.794	93.3	381	67.2	0.249	64.9	52.3	342	18300	20000	117.2	111.3	108.3	101.7	92.3	89.1	79.6	17.8	31.9	49.7	39.1	52.3	-5.2
	D	11/10/1999	160453	92.9	0.804	93.7	379	67.3	0.246	64.6	39.9	337	12600	20000	117.1	111.1	108.2	101.7	91.7	88.4	78.7	18.0	31.9	49.8	41.3	39.9	19.9
	E	11/10/1999	160634	93.7	0.804	93.6	371	67.5	0.249	64.9	27.6	341	6200	20000	117.1	110.9	108.4	101.9	91.2	87.3	78.4	18.0	31.9	49.8	29.7	27.6	44.6
Ess + antirouille	F	02/12/1999	150411	96.4	0.940	97.9	408	82.7	0.487	80.7	25.8	391	4557	20000	132.6	131.7	142.2	134.1	95.6	93.2	85.8	10.3	31.9	42.2	17.0	25.8	38.8
	G	02/12/1999	152905	93.0	0.926	99.0	436	86.5	0.574	84.8	35.4	420	7575	20000	130.0	130.8	140.8	133.8	97.4	94.5	88.5	5.2	31.9	37.1	15.8	35.4	4.5

# ANNEXE : Résultats TPC

Stéphane Jedrejak/Thèse en Sciences et Techniques du Déchet/ 2002 /École Nationale Supérieure des Mines

Conditions	N°	Date	Heure	TeJus °C	PeJus bars abs	TsateJus °C	QeJus l/h	TsJus °C	PsJus bars abs	TsatsJus °C	QProd l/h	QRet l/h	Wth W	Welec W	Tp1 °C	Tp2 °C	Tp3 °C	Tp4 °C	Tf2 °C	Tf3 °C	Tf4 °C	Qdistillat kg/h
<i>Eau + antimousse</i>	1	99-12-02	150411	96,4	0,940	97,9	408	82,7	0,487	80,7	25,8	391	4557	20000	132,6	131,7	142,2	134,1	95,6	93,2	85,8	
<i>Introduction</i>	2	99-12-02	152620	98,1	0,973	98,9	400	83,7	0,512	81,9	25,8	340	27114	20000	128,8	128,9	140,8	133,6	96,2	93,4	86,2	
<i>1ère charge 100 l</i>	3	99-12-02	152905	93,0	0,976	99,0	436	86,5	0,574	84,8	35,4	420	7575	20000	130,0	130,8	140,8	133,8	97,4	94,5	88,5	
<i>5% + antimousse</i>	4	99-12-02	153454	97,4	1,023	100,3	421	88,5	0,623	86,9	19,8	401	8575	20000	132,4	130,9	139,9	133,4	98,5	95,8	90,0	
<i>(500 cm3)</i>	5	99-12-02	155618	100,7	1,052	101,1	402	86,2	0,564	84,4	24,8	390	2220	20000	123,7	128,2	134,6	127,5	98,8	96,1	88,6	
	6	99-12-02	161212	91,2	0,975	98,9	418	84,1	0,519	82,3	40,2	398	18089	20000	125,5	124,1	129,8	124,4	96,0	93,6	87,1	
	7	99-12-03	082009	87,8	0,899	96,7	409	83,2	0,513	82,0	38,7	387	12497	20000	116,7	118,7	120,0	117,0	96,3	91,7	84,6	
	8	99-12-03	082752	90,0	0,916	97,2	414	83,9	0,524	82,5	24,9	383	16323	20000	117,0	118,6	119,2	116,2	94,9	92,9	85,8	
	9	99-12-03	090057	91,7	0,939	97,9	420	84,2	0,533	82,9	35,2	376	22362	20000	118,0	119,5	119,5	116,9	96,6	92,3	85,7	
	10	99-12-03	095458	94,5	0,918	97,3	407	84,3	0,536	83,1	34,5	344	31226	20000	117,9	119,7	119,4	117,6	96,3	93,3	86,3	
<i>Introduction</i>	11	99-12-03	100905	94,6	0,970	98,8	409	84,4	0,533	82,9	36,2	331	39093	20000	118,0	120,0	119,5	117,9	96,7	93,1	86,3	
<i>2ème charge 100 l</i>	12	99-12-03	104857	92,3	0,931	97,7	429	84,4	0,535	83,0	32,5	355	37659	20000	118,0	119,4	118,3	117,3	95,9	93,7	86,9	
<i>10%</i>	13	99-12-03	111018	92,0	0,928	97,6	409	84,6	0,538	83,2	37,5	341	35496	20000	117,7	119,1	118,0	117,1	95,2	92,1	85,7	
	14	99-12-03	115451	90,7	0,921	97,4	410	85,6	0,561	84,3	25,3	379	16869	20000	118,5	119,4	118,3	117,0	94,2	95,1	87,2	
<i>Introduction</i>	15	99-12-03	121551	90,6	0,928	97,6	406	86,1	0,572	84,7	37,0	366	22040	20000	118,6	119,1	118,5	116,0	94,6	92,9	87,5	
<i>3ème charge 100 l</i>	16	99-12-03	124154	90,1	0,915	97,2	404	84,1	0,527	82,6	40,0	353	18662	20000	117,8	117,8	115,2	112,9	94,3	92,9	85,7	
<i>10%</i>	17	99-12-03	130744	89,7	0,890	96,4	402	85,2	0,549	83,7	16,3	369	17679	20000	118,1	117,7	114,9	110,4	92,9	93,5	86,4	
	18	99-12-03	132443	90,1	0,887	96,3	405	83,9	0,523	82,5	20,3	372	17192	20000	117,1	116,8	114,1	108,5	95,2	91,1	86,4	
	19	99-12-03	135459	90,1	0,921	97,3	408	85,3	0,549	83,7	18,0	375	17883	20000	118,2	116,9	114,2	108,8	95,1	92,6	86,6	
	20	99-12-03	141753	90,2	0,896	96,6	414	86,2	0,575	84,8	33,3	376	20903	20000	119,0	116,8	114,3	109,4	96,4	93,6	88,1	
<i>Introduction</i>	21	99-12-03	144952	91,3	0,900	96,7	411	84,8	0,539	83,2	45,2	384	21109	20000	118,8	116,3	114,7	109,4	96,3	92,5	86,6	
<i>4ème charge 100 l</i>	22	99-12-03	151605	90,2	0,866	95,7	418	84,5	0,532	82,9	19,7	389	15550	20000	119,0	115,5	115,0	110,2	94,1	92,3	87,0	
<i>10%</i>	23	99-12-03	153035	91,1	0,841	94,9	406	83,3	0,505	81,6	41,3	373	18541	20000	119,3	114,9	113,8	109,4	94,1	92,3	86,3	
	24	99-12-03	160439	90,7	0,837	94,7	400	84,0	0,524	82,5	0,0	363	18880	20000	119,8	115,0	113,9	110,0	93,8	91,1	85,6	
	25	99-12-03	163253	91,5	0,855	95,3	410	85,7	0,561	84,2	8,9	356	28656	20000	120,7	115,8	115,0	111,4	94,2	92,7	87,5	
	26	99-12-06	090541	87,4	0,838	94,8	397	83,4	0,512	82,0	41,2	375	20339	20000	121,9	120,5	115,4	110,0	93,2	90,1	84,5	
	27	99-12-06	095035	92,6	0,914	97,1	391	88,0	0,619	86,8	33,2	352	21105	20000	124,7	123,6	118,9	113,7	95,6	92,0	90,7	
<i>Introduction</i>	28	99-12-06	102908	94,7	0,878	96,0	384	83,6	0,508	81,7	36,0	297	43095	20000	145,1	144,6	130,7	115,2	93,4	90,9	85,6	
<i>5ème charge 100 l</i>	29	99-12-06	105703	91,6	0,881	96,1	390	83,4	0,503	81,5	24,9	334	28683	20000	152,0	145,6	132,8	115,7	93,7	90,9	85,5	
<i>10%</i>	30	99-12-06	120452	90,5	0,896	96,6	384	83,6	0,508	81,7	37,7	351	16837	20000	151,5	145,6	134,0	115,7	94,0	92,0	86,1	
<i>Introduction</i>	31	99-12-06	132327	88,6	0,898	96,7	393	83,4	0,502	81,4	18,3	382	6232	20000	151,7	146,2	136,8	116,6	93,6	91,8	85,9	
<i>6ème charge 100 l</i>	32	99-12-06	143603	85,4	0,873	95,9	430	82,6	0,486	80,6	32,8	395	19937	20000	150,5	144,9	136,6	117,9	93,1	91,1	84,9	
<i>10%</i>	33	99-12-06	150932	86,8	0,848	95,1	400	83,7	0,512	81,9	36,1	345	30498	20000	150,0	145,2	144,9	127,1	92,5	90,9	86,5	
<i>Introduction</i>	34	99-12-06	155559	86,6	0,872	95,8	392	84,0	0,516	82,1	19,4	337	30847	20000	151,2	146,3	146,3	131,1	93,2	90,8	86,3	
<i>7ème charge 100 l</i>	35	99-12-07	094710	84,0	0,855	95,3	444	84,6	0,516	82,1	32,3	370	40330	20000	151,8	150,0	151,2	130,5	90,4	91,8	86,4	
<i>10%</i>	36	99-12-07	095655	80,2	0,890	96,4	456	84,4	0,509	81,8	29,9	451	6322	20000	147,9	150,2	150,7	130,6	94,6	88,6	88,8	
	37	99-12-07	101404	84,0	0,864	95,6	447	84,6	0,512	81,9	36,9	364	45282	20000	147,9	149,8	151,4	132,6	92,0	91,4	87,0	
<i>Σ = 700 l soit</i>	38	99-12-07	103235	84,8	0,835	94,7	427	84,5	0,510	81,9	36,1	369	32015	20000	147,6	149,0	151,3	132,9	88,0	91,4	86,2	
<i>1300 l à 5%</i>	39	99-12-07	105746	85,1	0,841	94,9	417	84,4	0,509	81,8	35,3	360	31048	20000	148,5	149,3	151,7	133,1	84,7	91,4	86,9	

# ANNEXE : Résultats TPC

Stéphane Jedrejok/Thèse en Sciences et Techniques du Déchet/ 2002 /École Nationale Supérieure des Mines

Concentration jusqu'à FC = 10	40	99-12-07	112757	86,4	0,870	95,8	405	85,6	0,533	82,9	21,1	354	27661	20000	149,3	150,1	151,7	134,2	88,0	92,9	87,5	Prises échantillons distillat pH 8.2 et concentrat
	41	99-12-07	114645	88,3	0,834	94,6	371	84,6	0,509	81,8	25,9	335	18429	20000	150,6	150,4	150,7	144,3	87,4	91,3	86,8	
	42	99-12-07	120414	88,5	0,851	95,2	398	84,4	0,500	81,3	15,6	347	25807	20000	150,7	150,7	150,8	142,9	87,9	91,4	87,0	
	43	99-12-07	122532	88,9	0,837	94,7	384	84,0	0,492	81,0	30,8	345	19228	20000	152,4	150,9	151,4	142,9	86,7	90,3	86,5	
Introduction 32 l/h fluide usagé 5%	44	99-12-07	124435	86,8	0,814	94,0	379	83,3	0,476	80,1	0,0	328	26899	20000	151,6	150,6	151,1	143,6	85,6	90,6	85,5	
	45	99-12-07	134603	84,2	0,796	93,4	403	84,3	0,496	81,2	0,0	376	15573	20000	151,5	152,2	152,2	144,7	85,7	91,4	86,9	
	46	99-12-07	144145	84,5	0,845	95,0	407	84,9	0,512	81,9	22,9	357	28326	20000	151,6	152,1	151,8	144,8	85,3	91,3	86,9	
	47	99-12-07	150058	84,5	0,826	94,4	404	83,7	0,481	80,4	11,5	366	21144	20000	151,7	151,7	150,8	143,4	85,9	90,9	86,2	
Extraction concentrat : 3 l/h	48	99-12-07	155757	82,6	0,827	94,4	413	84,1	0,495	81,1	37,6	321	50836	20000	151,2	151,9	149,8	142,7	90,6	91,3	86,0	29
	49	99-12-07	163010	86,4	0,830	94,5	389	84,8	0,506	81,6	8,4	361	15099	20000	154,6	152,2	151,3	144,4	92,3	91,4	86,9	
	50	99-12-07	173231	84,8	0,844	95,0	392	84,7	0,506	81,6	28,3	251	75484	20000	154,0	152,1	150,4	142,9	92,5	90,8	87,0	
	51	99-12-08	075320	54,4	0,806	93,7	373	51,9	0,480	80,3	0,0	262	63079	0	38,3	41,8	40,9	41,4	53,8	54,7	53,7	
	52	99-12-08	075807	53,8	0,786	93,1	383	77,2	0,496	81,1	0,0	353	29170	10000	153,7	140,1	136,2	143,3	56,6	64,4	77,5	
	53	99-12-08	080902	70,4	0,818	94,1	424	83,5	0,498	81,2	0,0	487	11922	10000	142,6	137,9	132,2	137,7	72,4	78,9	83,9	
	54	99-12-08	081947	79,3	0,821	94,2	428	84,1	0,501	81,4	39,7	397	20131	15000	150,2	145,7	143,2	140,0	88,0	88,8	85,7	
	55	99-12-08	082552	81,2	0,853	95,3	402	84,2	0,505	81,6	1,8	357	26516	20000	162,6	157,5	153,4	146,5	92,2	88,6	86,9	
	56	99-12-08	083356	82,5	0,863	95,6	395	84,3	0,510	81,8	7,0	355	23353	20000	162,8	156,9	153,3	144,4	93,0	89,7	87,0	
	57	99-12-08	092336	83,5	0,850	95,2	382	83,9	0,491	80,9	12,8	356	14992	20000	162,8	154,3	150,2	144,1	91,2	91,1	85,9	
Cycle de démarrage	58	99-12-08	103820	84,0	0,860	95,5	411	84,6	0,506	81,6	17,2	349	34034	20000	162,8	153,8	150,1	144,1	92,1	92,1	86,2	Prise échantillon distillat pH 9.5 30
	59	99-12-08	112430	84,4	0,855	95,3	377	84,6	0,505	81,6	27,8	346	17538	20000	160,7	153,4	150,3	144,8	91,9	90,8	86,5	
	60	99-12-08	122953	85,4	0,830	94,5	357	84,0	0,494	81,0	2,3	334	12627	20000	160,8	152,5	149,7	144,5	90,8	90,6	86,5	
	61	99-12-08	135232	83,7	0,847	95,1	381	84,8	0,513	82,0	16,5	355	15545	0	158,6	150,7	149,7	145,2	92,7	91,1	86,7	
	62	99-12-08	144755	83,1	0,840	94,8	379	83,9	0,492	80,9	15,0	335	24667	20000	157,7	149,4	148,6	142,3	91,6	90,6	86,7	
	63	99-12-08	155428	85,0	0,849	95,1	367	84,5	0,504	81,6	34,0	331	19685	20000	159,4	149,8	149,0	142,2	92,4	90,6	86,3	
	64	99-12-08	162748	85,0	0,830	94,5	365	84,3	0,499	81,3	18,6	338	15230	20000	159,4	149,9	148,5	144,0	92,5	91,3	86,2	
	65	99-12-08	173214	82,8	0,851	95,2	403	85,0	0,516	82,1	29,2	344	33247	20000	158,1	149,7	148,8	144,3	91,7	91,9	86,7	
	66	99-12-09	091231	65,7	1,359	108,5	375	65,5	1,056	101,2	0,0	480	7756	0	59,6	62,6	61,1	61,7	65,3	65,3	65,3	
	67	99-12-09	092512	68,1	1,363	108,5	388	85,7	1,055	101,2	0,0	495	17881	10000	151,6	151,7	150,9	163,2	69,0	70,9	79,8	
	68	99-12-09	093503	93,8	1,347	108,2	370	103,7	1,111	102,6	0,0	326	28121	15000	163,3	155,9	156,1	164,1	101,6	105,7	104,3	
	69	99-12-09	094600	95,7	1,227	105,4	387	100,8	0,990	99,4	58,8	415	32039	20000	166,7	160,7	162,8	167,5	103,4	103,9	101,6	
	70	99-12-09	102359	102,1	1,248	106,0	415	100,9	0,981	99,1	29,3	399	9043	20000	146,3	142,1	140,7	136,8	105,2	103,5	101,6	
	71	99-12-09	112731	104,0	1,224	105,4	384	101,3	0,981	99,1	13,2	197	91684	20000	152,9	149,6	147,0	145,3	105,4	104,2	101,9	
	72	99-12-09	132529	104,1	1,232	105,5	392	101,5	0,988	99,3	36,7	391	444	20000	155,4	150,2	147,2	150,5	105,8	104,0	102,4	
	73	99-12-09	133345	104,8	1,236	105,6	406	101,5	0,982	99,1	32,8	389	8260	20000	150,7	140,8	136,4	135,9	105,2	103,9	102,0	
	74	99-12-09	150510	105,4	1,252	106,0	409	102,1	0,981	99,1	0,0	388	10466	20000	180,8	170,8	168,4	174,0	106,4	104,9	103,1	
75	99-12-09	151135	105,5	1,241	105,9	410	102,1	0,982	99,1	0,0	395	7450	20000	180,8	170,9	168,7	174,4	106,4	105,1	103,2		
76	99-12-09	154958	91,0	1,216	105,2	403	101,5	0,986	99,2	37,6	394	10688	20000	186,4	172,2	163,6	173,9	102,7	104,0	102,4		
77	99-12-09	164018	89,7	1,216	105,2	402	101,5	0,982	99,1	17,6	398	8931	0	185,9	173,1	163,8	174,2	101,6	104,0	102,4		
78	99-12-09	164251	89,4	1,217	105,2	398	101,3	0,981	99,1	1,7	396	8390	0	183,1	171,1	163,3	173,4	101,3	104,0	102,2		
79	99-12-09	164550	89,6	1,217	105,2	398	101,3	0,981	99,1	19,5	396	7866	20000	182,9	171,0	163,2	173,4	101,5	103,8	102,2		
2 tournées de concentrat : N° 1 : moyenne extractions 1 à 11 N° 2 : moyenne extractions 12 à 21																		Prises échantillons distillat et concentrat				



## **FOLIO ADMINISTRATIF**

THÈSE SOUTENUE DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES  
APPLIQUÉES DE LYON ET L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES MINES DE  
SAINT-ETIENNE

Nom : JEDRZEJAK	Date de soutenance : 15 mai 2002
Prénom : Stéphane	
Titre : Développement d'une méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation : application aux fluides de coupe usés de l'Industrie Mécanique	
Nature : Doctorat	Numéro d'ordre : 236 ID
Formation doctorale : Sciences et Techniques du Déchet	
<p>Résumé :</p> <p>Les fluides de coupe usés générés par l'Industrie Mécanique sont éliminés par Évapo-Incineration. Le coût d'élimination peut être réduit par évaporation de l'eau contenue dans les fluides de coupe. Nous proposons l'utilisation d'une méthodologie de sélection intégrée des procédés d'évaporation, en vue de réduire le coût de traitement, le volume d'effluent et d'orienter la phase aqueuse produite vers le rejet ou la réutilisation. Ce modèle global propose de relier les critères aux paramètres de contrôle des procédés. Les principaux critères étudiés pour les procédés Compression Mécanique de Vapeur (CMV), Pompe À Chaleur (PAC) et Tube à Passage de Courant (TPC) sont : la qualité de la phase aqueuse, l'efficacité de séparation, la performance technique et la performance économique. L'opération de concentration par évaporation sous vide donne des résultats positifs et prometteurs. La vision globale du procédé, supportée par l'approche intégrée, montre que l'aspect économique est important pour améliorer les techniques existantes. Le traitement des fluides usés en interne se présente comme une alternative favorable pour l'économie de la ressource hydrique. Le projet assimile la notion de développement durable en évaluant les techniques qui permettront à un secteur industriel de réaliser sa production tout en protégeant l'environnement et les ressources naturelles.</p>	
<p>Mots-clés :</p> <p>Méthodologie de sélection – procédé d'évaporation – compression mécanique de vapeur – pompe à chaleur – tube à passage de courant – réutilisation de la phase aqueuse – fluides de coupe usés – micro-émulsion</p>	
Cote BIU Lyon :	
<p>Laboratoire de recherche :</p> <p>Centre Sciences, Information et Technologies pour l'Environnement de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne</p>	
Directeur de thèse : Jacques BOURGOIS (ENSM-SE)	
Présidente du jury : Colette COLLET-GONNET	
<p>Composition du jury : Colette COLLET-GONNET, Robert HAUSLER, Jean-Marie PROTH, Gérard COLIN et Jacques BOURGOIS</p>	